



Luís Guilherme Santos de Sousa

Licenciado em Ciências de Engenharia Mecânica

**Desenvolvimento e Avaliação do
Desempenho de Sistemas Doseadores de
Microcaudais e Elaboração do
Procedimento de Calibração**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre
em Engenharia Mecânica

Orientador: Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira Martins,
Prof. Auxiliar, FCT/UNL – DEMI

Co-orientador: Mestre Elsa Maria Isqueiro Batista,
Responsável do Laboratório de Volume, Instituto Português da
Qualidade



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Novembro 2014

Desenvolvimento e Avaliação do Desempenho de Sistemas Doseadores de Microcaudais e
Elaboração do Procedimento de Calibração

Copyright, 2015, Luís Guilherme Santos de Sousa, FCT/UNL, IPQ e UNL

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Em primeiro lugar gostaria de agradecer a todos aqueles que estiveram sempre presentes ao longo do meu percurso académico, aos meus pais e à minha irmã. Agradecer pela dedicação, incentivo, apoio e também pelo facto de terem possibilitado a concretização desta etapa.

Agradeço também à Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL), bem como a todos os professores que no decorrer da minha formação académica contribuíram para o meu sucesso.

Agradeço ao Professor Doutor Rui Martins, da FCT-UNL/DEMI, por me ter proporcionado esta oportunidade de estágio, pela sua orientação, disponibilidade e cooperação ao longo de todo o trabalho desenvolvido.

Agradeço à Dra. Elsa Batista, responsável do Laboratório de Volume do Instituto Português da Qualidade, pela orientação, disponibilidade, dedicação, cooperação e pela passagem de conhecimento quer no decorrer do estágio quer após o fim do mesmo.

Agradecer ainda ao Engenheiro David Gonçalves, representante da *B. Braun* Portugal no projeto, pela sua colaboração.

Um agradecimento especial para com aqueles que estão comigo diariamente, como a minha namorada e amigos, que me apoiaram e motivaram para singrar nesta etapa.

Seria impossível expressar o meu apreço por todos os que contribuíram para este trabalho, mas não poderia deixar de mencionar os colegas que estagiaram comigo no IPQ e que contribuíram para o bom ambiente no estágio.

Para finalizar, agradecer a todos os colegas com quem tive oportunidade de trabalhar e conviver ao longo de todo o curso.

Resumo

De forma a melhorar a precisão dos resultados obtidos com instrumentos doseadores de líquidos utilizados em ambiente clínico, foi submetido e aprovado um projeto internacional denominado *Metrology for Drug Delivery* (MeDD), financiado pela União Europeia, em que o Instituto Português da Qualidade (IPQ) é um dos sete participantes. Ao nível nacional, todo o projeto foi desenvolvido no Laboratório de Volume (LVO) do IPQ, em parceria com o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL), a *B.Braun* Portugal e o Hospital Garcia de Orta (HGO).

A presente dissertação centra-se na elaboração de um procedimento de calibração de sistemas doseadores de fluidos, usando como ponto de partida um sistema padrão de micro caudal desenvolvido anteriormente pelo LVO em colaboração com a FCT-UNL/DEMI. Nesta dissertação são apresentados estudos de desempenho realizados em sistemas utilizados no hospital.

Os instrumentos doseadores de fluidos mais usuais nos hospitais são as seringas perfusoras e as bombas peristálticas, que têm como função fornecer os fluidos necessários para hidratar, nutrir ou administrar fármacos. Com o objetivo de estudar o desempenho destes equipamentos em diferentes situações, tais como a influência da administração de fluidos mais viscosos em comparação com água, o tempo de resposta dos instrumentos e o impacto dos acessórios na linha de perfusão, realizaram-se diversos ensaios. Através dos ensaios realizados foi possível determinar o erro e a incerteza associada a cada equipamento para cada experiência realizada.

A maioria dos resultados obtidos com os sistemas doseadores de fluidos permitiram verificar que os valores da incerteza dos caudais eram inferiores ao erro máximo admissível indicado pelo fabricante e serviram de base para a elaboração de um procedimento técnico.

Palavras-chave: Micro caudal, Sistemas doseadores de fluidos, Perfusão, Bomba peristáltica, Incerteza, Calibração.

Abstract

In order to improve the accuracy of liquid dispensers used in clinical environment, an international project, called Metrology for Drug Delivery (MeDD), was submitted and approved for funding by the European Union, wherein the Portuguese Institute of Quality (IPQ) is one of the seven participants. At the national level, the entire project was developed in the Volume Laboratory (LVO) of IPQ in partnership with the Mechanical and Industrial Engineering Department (DEMI) of the Faculty of Sciences and Technology of The New University of Lisbon (FCT/UNL)., the B. Braun Portugal and Hospital Garcia de Orta (HGO).

The main focus of this dissertation is the development of a calibration procedure for two specific dosing fluid systems. Considering a standard micro flow system developed earlier by LVO in collaboration with the FCT-UNL/DEMI, in this dissertation some performance studies of systems used in hospital are presented.

The most usual dosing fluid systems in hospital are the infusion pumps and peristaltic pumps, whose function is to provide the necessary fluids to hydrate, nourish or administer drugs. In order to study the performance of these devices, such as the influence of viscosity of different fluids, the response time of the devices and the impact of accessories in the infusion line, various tests were carried out. Taking into account the results obtained, it was possible to determine the error and the uncertainty associated to each device for each test performed.

Most of the results obtained with those dosing fluid systems allowed to confirm that the uncertainty of the flow rates were bellow the maximum permissible error specified by the manufacturer and served as basis for the elaboration of a technical procedure.

Keywords: Micro flow, Dosing fluid systems, Infusion, Peristaltic pump, Uncertainty, Calibration.

Índice

Agradecimentos	V
Resumo.....	VII
Abstract	IX
Índice de Figuras	XV
Índice de Tabelas.....	XIX
Acrónimos e Siglas.....	XXI
Simbologia	XXIII
1. Introdução	1
1.1 Objetivos	1
1.2 Estrutura da Dissertação	2
2. Enquadramento	5
2.1 O Sistema Português da Qualidade e o Instituto Português da Qualidade	5
2.2 Laboratório de Volume.....	7
2.3 Metrologia	8
2.4 Categorias Metrológicas.....	8
2.5 Método Gravimétrico	9
2.6 Termos e Definições Metrológicas utilizadas.....	10
3. Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos	13
3.1 Gerador de Caudal.....	13
3.2 Seringas	14
3.3 Tubagem.....	15
3.4 Válvula para Direcionamento do Caudal.....	15
3.5 Desgaseificação de Água	16
3.6 Sistema de Purga	17
3.7 Sensor de Pressão	17
3.8 Controlo da Evaporação	18
3.9 Balança	19
3.10 Software de Aquisição de Dados – LabVIEW.....	21
3.11 Componentes do Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais	21
3.11.1 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 0,006 mL/h e 20 mL/h	21
3.11.2 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h e 600mL/h	22
4. Transição do Sistema Padrão para um Sistema Utilizado em Ambiente Clínico.....	25
4.1 Seringa Perfusora	26

4.1.1 Gerador de Caudal.....	26
4.1.2 Seringas	27
4.1.3 Tubagem	29
4.1.4 Componentes do Sistema com a Seringa Perfusora	29
4.2 Bomba Peristáltica.....	30
4.2.1 Gerador de Caudal.....	30
4.2.2 Tubagem	32
4.2.3 Recipiente de Pesagem	32
4.2.4 Componentes do Sistema com a Bomba Peristáltica.....	33
5. Cálculo de Incertezas.....	35
5.1 Incerteza de Medição	36
5.2 Avaliação da Incerteza-Padrão de Estimativas das Grandezas de Entrada.....	37
5.2.1 Avaliação de Tipo A da Incerteza-Padrão	37
5.2.2 Avaliação de Tipo B da Incerteza-padrão	38
5.3 Incerteza-Padrão da Estimativa da Grandeza de Saída	40
5.4 Incerteza de Medição Expandida	40
5.5 Determinação da Incerteza na Medição de Caudal	41
5.5.1 Parâmetros que Influenciam a Medição	42
5.5.2 Modelo de Cálculo de Caudal.....	43
5.5.3 Coeficientes de Sensibilidade.....	45
5.5.4 Incertezas Padrão	46
5.5.5 Incerteza Combinada.....	50
5.5.6 Incerteza Expandida	50
5.6 Determinação da Incerteza na Calibração de Balanças	50
5.6.1 Incerteza-Padrão	50
5.6.2 Incerteza Combinada.....	51
5.6.3 Incerteza Expandida	51
6. Procedimento Experimental	53
6.1 Rastreabilidade.....	53
6.2 Calibração de Material Volumétrico pelo Método Gravimétrico	54
6.2.1 Padrões de Trabalho.....	54
6.2.2 Condições de Referência	55
6.2.3 Modo Operatório	55
6.2.4 Procedimento experimental.....	57

6.3 Calibração de Instrumentos Doseadores de Fluidos.....	63
6.3.1 Padrões de Trabalho.....	63
6.3.2 Condições de Referência	64
6.3.3. Modo Operatório	64
6.3.4 Procedimento Experimental.....	65
6.4 Calibração de Balanças	69
6.5.1 Padrões de Trabalho.....	69
6.5.2 Condições de Referência	70
6.5.3 Modo Operatório	70
6.5.4 Procedimento Experimental.....	70
6.5 Estudo à Evaporação	72
7. Análise e Discussão de Resultados	75
7.1 Calibração de Instrumentos Volumétricos.....	75
7.2 Estudo à Evaporação	76
7.3 Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais.....	77
7.3.1 Estabilidade do Padrão.....	77
7.3.2 Influência da Viscosidade	79
7.4 Calibração de Sistemas Doseadores de Fluidos Utilizados em Ambiente Clínico	84
7.4.1 Distinção de Caudais de Trabalho	85
7.4.2 Influência da Viscosidade	88
7.4.3 Tempo de Resposta	93
7.4.4 Atraso no Início do Doseamento.....	95
7.4.5 Influência dos Acessórios	98
7.5 Comparação entre o Padrão de Medição de Micro Caudal (0,006 mL/h e 20 mL/h) e a Seringa Perfusora	105
8. Conclusões e Sugestões de Melhoramento	109
Bibliografia	111
Anexos.....	115
Anexo I – Sistema de Aquisição e Tratamento de Dados (<i>LabVIEW</i>)	117
Anexo II – Listagem de Componentes do Sistema Hospitalar com a Seringa Perfusora.....	119
Anexo III – Listagem de Componentes do Sistema Hospitalar com a Bomba Peristáltica	121
Anexo IV – Determinação da Massa Volúmica da Água e do Ar	123

Índice de Figuras

Figura 2.1 - Subsistemas do SPQ	5
Figura 2.2 - Estrutura organizacional do IPQ.....	6
Figura 2.3 - Estrutura orgânica do DMET.....	7
Figura 3.1 - Gerador de caudal <i>Nexus 3000</i> da <i>Chemyx</i>	14
Figura 3.2 - Seringas de 25; 10; 5; 2,5; 0,5; 0,1 (mL) da ILS da esquerda para a direita.....	14
Figura 3.3 - Válvula automática	16
Figura 3.4 - Sistema de degaseificação de água da <i>Systec</i>	16
Figura 3.5 - Sensor de pressão e componentes respetivos.....	18
Figura 3.6 - <i>Evaporationtrap</i>	19
Figura 3.7 - Padrão de medição de micro caudais 0,006 mL/h a 20 mL/h.....	22
Figura 3.8 - Padrão de medição de micro caudais 20 mL/h a 600 mL/h	23
Figura 4.1 - <i>Perfusor®Space</i> da <i>B.Braun</i> em funcionamento.....	26
Figura 4.2 - Seringas de 50, 20, 10, 5 e 2 (mL) da esquerda para a direita	28
Figura 4.3 - Rosca interna na extremidade de uma seringa com <i>LuerLock</i>	28
Figura 4.4 - Ligação <i>LuerLock</i> entre a seringa e a tubagem	28
Figura 4.5 - Sistema com a seringa perfusora	30
Figura 4.6 - <i>Infusomat®Space</i> da <i>B. Braun</i> em funcionamento.....	30
Figura 4.7 – <i>Fingers pump</i> presentes no guia de linha da bomba peristáltica.....	31
Figura 4.8 - Copo de precipitação com 150 mL de capacidade	33
Figura 4.9 - Sistema com a bomba peristáltica.....	34
Figura 5.1 - Distribuição Normal	38
Figura 5.2 - Distribuição retangular	39
Figura 5.3 - Distribuição triangular.....	39
Figura 6.1 - Cadeia de rastreabilidade seguida numa calibração em volume.....	53
Figura 6.2 - Leitura correta e incorreta do menisco	56
Figura 6.3 - Representação de uma pesagem pelo método gravimétrico do recipiente a seco (esquerda) e cheio (direita).....	57
Figura 6.4 - Balão volumétrico.....	57
Figura 6.5 - Proveta.....	58
Figura 6.6 - Picnómetro.....	59
Figura 6.7 - Pipeta volumétrica (esq.) e pipeta graduada (dir.)	60
Figura 6.8 - Bureta digital	61
Figura 6.9 - Seringa.....	62
Figura 6.10 - Exemplificação de uma montagem com um instrumento doseador de fluidos	65

Figura 6.11 - Balanças <i>Mettler Toledo</i> AX26 e XP205	71
Figura 6.12 - Representação da posição da massa num ensaio de excentricidade, numa balança com prato retangular e prato circular	72
Figura 6.13 - Recipientes de pesagem utilizados nas duas balanças	72
Figura 7.1 – Representação gráfica do erro obtido em relação ao caudal nos ensaios de estabilidade do sistema padrão de 0,006 mL/h a 20 mL/h	79
Figura 7.2 - Comparação do erro obtido entre glucose e glicerol para o caudal de 1 mL/h.....	83
Figura 7.3 - Comparação do erro obtido entre glucose e glicerol para o caudal de 5 mL/h.....	83
Figura 7.4 - Comparação do erro obtido entre glucose e glicerol para o caudal de 10 mL/h.....	84
Figura 7.5 - Representação gráfica do erro da seringa perfusora	86
Figura 7.6 - Representação gráfica do erro da bomba peristáltica	86
Figura 7.7 - Análise gráfica em <i>LabVIEW</i> do comportamento da bomba peristáltica (massa/tempo)..	87
Figura 7.8 - Análise gráfica em <i>LabVIEW</i> do comportamento da bomba peristáltica (caudal/tempo) .	87
Figura 7.9 - Representação gráfica do erro obtido com diferentes viscosidades aos caudais 0,5mL/h, 2mL/h e 10 mL/h com a seringa perfusora com as seringas de 10 mL e 50 mL de capacidade	90
Figura 7.10 - Representação gráfica do erro obtido com diferentes viscosidades para os caudais de 40 mL/h, 80 mL/h e 120 mL/h com a bomba peristáltica	92
Figura 7.11 - Representação gráfica do tempo de resposta da seringa perfusora quando o caudal é duplicado e quadruplicado.....	94
Figura 7.12 - Representação gráfica do tempo de estabilização de caudal na bomba peristáltica quando o caudal é duplicado e quadruplicado	95
Figura 7.13 - Representação gráfica do atraso da seringa perfusora	97
Figura 7.14 - Representação gráfica do atraso da bomba peristáltica	98
Figura 7.15 – Torneira de 3 vias para adição de fluidos.....	99
Figura 7.16 - Erro e incerteza obtida com e sem utilização da torneira para o caudal de 0,5 mL/h, 2 mL/h e 10 mL/h.....	100
Figura 7.17 - Filtro antibacteriano utilizado com a seringa perfusora.....	101
Figura 7.18 - Filtro antibacteriano utilizado com a bomba peristáltica.....	101
Figura 7.19 - Análise gráfica dos erros e incerteza obtidos com e sem a utilização do filtro para a seringa perfusora	102
Figura 7.20 - Análise gráfica dos erros e incertezas obtidos com e sem a utilização do filtro para a bomba peristáltica	103
Figura 7.21 - Catéter ensaiado.....	104
Figura 7.22 - Representação gráfica do erro e incerteza obtidos com a utilização da agulha de injeção e do cateter	105
Figura 7.23 - Representação gráfica do erro e incerteza obtidos com a seringa perfusora e com o sistema padrão	106

Figura I.1 – Página do software para inserção de parâmetros	106
Figura I.2 – Apresentação das leituras de massa ao longo do tempo	106
Figura I.3 – Apresentação de resultados no programa	106

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 - Descrição e unidades das grandezas presentes na Equação 2.1	10
Tabela 3.1 - Especificações técnicas do gerador de caudal <i>Nexus 3000</i> da <i>Chemyx</i>	13
Tabela 3.2 - Especificações técnicas do sensor de pressão	18
Tabela 3.3 - Especificações técnicas da balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i> e <i>XP205</i>	20
Tabela 4.1 - Especificações técnicas da <i>Perfusor®Space</i>	27
Tabela 4.2 - Especificações técnicas da <i>Infusomat®Space</i>	32
Tabela 5.1 - Relação entre graus de liberdade efetivos e fator de expansão	41
Tabela 5.2 - Descrição e unidades das grandezas presentes na Equação 5.17	44
Tabela 5.3 - Componentes de incerteza.....	45
Tabela 6.1 - Escolha da seringa a utilizar consoante o caudal	66
Tabela 7.1 - Calibração de instrumentos volumétricos	75
Tabela 7.2 - Resultados obtidos no estudo à evaporação na balança <i>XP205</i>	76
Tabela 7.3 - Taxa de evaporação e incerteza associada para as duas balanças utilizadas	77
Tabela 7.4 - Ensaios de estabilidade do sistema padrão para caudais de 0,006 mL/h a 20 mL/h	78
Tabela 7.5 - Propriedades das soluções à base de glicerol	80
Tabela 7.6 - Propriedades das soluções à base de glucose	80
Tabela 7.7 - Resultados obtidos nos ensaios efetuados com soluções com diferentes viscosidades de glicerol.....	81
Tabela 7.8 – Resultados obtidos nos ensaios efetuados com soluções com diferentes viscosidades de glucose.....	82
Tabela 7.9 - Resultados obtidos nos ensaios efetuados sobre o intervalo de caudal de trabalho dos instrumentos doseadores de fluidos.....	85
Tabela 7.10 -Resultados obtidos nos ensaios efetuados com a seringa perfusora com soluções de diferentes viscosidades	89
Tabela 7.11 - Resultados obtidos nos ensaios efetuadoscom a bomba peristáltica com soluções de diferentes viscosidades	91
Tabela 7.12 - Tempo de resposta na seringa perfusora quando o caudal é duplicado e quadruplicado	93
Tabela 7.13 - Tempo de resposta da bomba peristáltica quando o caudal é duplicado e quadruplicado	94
Tabela 7.14 – Atraso da seringa perfusora para as seringas de 10 mL e 50 mL	96
Tabela 7.15 - Atraso da bomba peristáltica	97
Tabela 7.16 - Comparação dos resultados obtidos com e sem a utilização da torneira.....	100
Tabela 7.17 - Comparação dos resultados obtidos com e sem a utilização do filtro para a seringa perfusora.....	102

Tabela 7.18 - Comparação dos resultados obtidos com e sem a utilização do filtro para a bomba peristáltica	103
Tabela 7.19 – Comparação dos resultados obtidos com o catéter e com a agulha	104
Tabela 7.20 - Comparação entre o Padrão de Medição de Micro Caudal (0,006 mL/h e 20 mL/h) e a Seringa Perfusora	106
Tabela II.1 – Componentes do sistema com a seringa perfusora	119
Tabela III.1 – Componentes do sistema com a bomba peristáltica	121

Acrónimos e Siglas

BIPM – *Bureau International des Poids et Mesures*

CETIAT – *Centre Technique des Industries Aéronautiques et Thermiques*

CIPM – *Comité International des Poids et Mesures*

CMI – *Czech Metrology Institute*

DEMI – Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial

DMET – Departamento de Metrologia

DTI – *Teknologisk Institut*

EN – *European Standards*

EURAMET – *European Association of National Metrology Institutes*

FCT-UNL – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

GUM – *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*

HGO – Hospital Garcia de Orta

IEC – *International Electrotechnical Commission*

IFCC – *International Federation of Clinical Chemistry*

IPQ – Instituto Português da Qualidade

IPAC – Instituto Português de Acreditação

ISO – *International Organization for Standardization*

IUPAC – *International Union of Pure and Applied Chemistry*

IUPAP – *International Union of Pure and Applied Physics*

LabVIEW – *Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*

LCM – Laboratório Central de Metrologia

LVO – Laboratório de Volume

MeDD – *Metrology for Drug Delivery*

MEE – Ministério da Economia e do Emprego

METAS – *L'Institut Fédéral de Métrologie de la Suisse*

NP – Normas Portuguesas

OIML – *Organisation International de Métrologie Légale*

OPS – *Original Perfusor Space*

SPQ – Sistema Português da Qualidade

TUBITAK – *Scientific and Technological Research Council of Turkey*

VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia

VSL – *Dutch Metrology Institute*

Simbologia

a	Valores extremos associados a uma variabilidade
c_i	Coeficiente de sensibilidade
D_{tanque}	Diâmetro do recipiente de pesagem
D_{tubo}	Diâmetro do tubo imerso no líquido de calibração
ε	Erro
I_L	Resultado da pesagem com recipiente cheio de líquido de calibração
I_E	Resultado da pesagem com recipiente vazio
k	Fator de expansão
n	Número de observações
q	Valor obtido de caudal
\bar{q}	Valor médio de caudal
Q_v	Caudal volumétrico
R_{bal}	Resolução da balança
s	Desvio padrão
t	Tempo
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração
u_i	Incerteza-padrão associada ao termo i
U	Incerteza de medição expandida
V_0	Volume à temperatura de referência t_0
v_{ef}	Graus de liberdade efetivos
VM	Valor medido
VR	Valor real
X_i	Grandeza de entrada
x_i	Estimativa da grandeza de entrada
Y	Grandeza de saída
y	Estimativa da grandeza de saída

ΔT	Gradiente térmico
δT	<i>Drift</i> após a calibração do termómetro
δ_{evap}	Correção de caudal associada à evaporação
δm_{imp}	Correção de massa associada à impulsão
ρ_w	Massa volúmica do líquido de calibração à temperatura de calibração t
ρ_A	Massa volúmica do ar
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança
γ	Coefficiente de expansão térmico do material

1. Introdução

Os sistemas doseadores de fluidos têm um nível de importância muito elevado, pois é através destes que funções como hidratar, nutrir ou administrar fármacos se tornam possíveis. Em ambiente clínico, os sistemas doseadores mais utilizados são bombas peristálticas e seringas perfusoras. De forma a garantir que estes cumprem as funções anteriores com elevada precisão, é necessário que estes instrumentos sejam previamente calibrados.

É ao nível da neonatologia, ramo da pediatria responsável pelo tratamento de crianças no primeiro mês de vida de um bebé, que a correta calibração de instrumentos doseadores de líquidos tem maior relevância. Com efeito, o fluxo de caudal doseado nestes casos é substancialmente inferior ao doseado em doentes já adultos, o que diminui a precisão do equipamento. Um mau desempenho de um instrumento doseador de fluidos pode provocar danos irreversíveis para um recém-nascido.

Foi para responder a esta necessidade que surgiu um projeto internacional em Junho de 2012, denominado *Metrology for Drug Delivery* (MeDD), financiado pela União Europeia, e que consiste na metrologia para adição de fármacos. Este projeto tem a duração de 3 anos e junta diversos laboratórios nacionais de metrologia. Ao nível nacional, o projeto fica a cargo do Instituto Português da Qualidade (IPQ), através do Laboratório de Volume (LVO), sendo o laboratório coordenador do projeto o VSL (Holanda). O projeto conta ainda com a participação dos laboratórios CMI (República Checa), CETIAT (França), DTI (Dinamarca), METAS (Suíça) e TUBITAK (Turquia) [1].

O projeto encontra-se numa fase avançada de desenvolvimento, tendo já sido concebido um sistema padrão de medição de micro caudais. A existência deste projeto permite ainda aumentar o conhecimento dos profissionais de saúde acerca da utilização dos instrumentos doseadores de líquidos, do tempo de resposta dos equipamentos e da influência dos acessórios quando colocados numa linha de perfusão [2].

Todos os ensaios realizados ao longo do projeto serviram de base para elaborar um procedimento técnico de calibração de sistemas doseadores de fluidos, ficando desta forma o LVO capacitado para calibrar estes instrumentos no futuro.

1.1 Objetivos

O objetivo principal da presente dissertação corresponde à elaboração de um procedimento de calibração de sistemas doseadores de fluidos. Prevê ainda auxiliar o LVO a realizar a transição do sistema padrão, já concebido, para uma situação real e analisar as respetivas diferenças através da realização de diversos ensaios relacionados com o projeto em que o IPQ está inserido.

O estágio no IPQ foi iniciado com uma formação em metrologia e avaliação de incertezas, de forma a dar a conhecer os instrumentos e métodos utilizados, assim como o tipo de trabalho realizado no LVO. Tipicamente no LVO são realizados ensaios de cariz estático, mas também ensaios dinâmicos, como é o caso dos ensaios do projeto em questão, em que os ensaios são de medição de caudal de fluidos. Quer nos ensaios estáticos quer nos dinâmicos, é possível utilizar o método gravimétrico ou volumétrico para a obtenção de resultados.

De forma a se conseguir cumprir os objetivos, foi necessário realizar ensaios com o sistema padrão de medição de micro caudais e posteriormente fazer a transição do sistema padrão para um sistema em ambiente clínico, realizando todas as adaptações necessárias para o correto funcionamento do novo sistema. De seguida, realizaram-se diversos tipos de ensaios com os instrumentos doseadores de fluidos, pretendendo verificar a influência da viscosidade, do aumento do fluxo de caudal e da existência de acessórios nas linhas de perfusão. Por fim, com base nos ensaios efetuados, pretendeu-se determinar o erro e a incerteza associada a cada instrumento.

1.2 Estrutura da Dissertação

A presente dissertação está dividida em vários capítulos e estes, consequentemente, em diversos subcapítulos, de forma a expor o conteúdo de forma clara e objetiva.

Na Introdução é feita a apresentação dos objetivos, assim como a génese do projeto.

O Enquadramento, segundo capítulo da dissertação, dá a conhecer as estruturas da qualidade em Portugal e definições de cariz metrológico para enquadrar o projeto na área da metrologia. São ainda abordados todos os termos, definições e métodos relevantes para a compreensão do projeto.

No terceiro capítulo, Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos, é apresentada a composição do sistema padrão para medição de micro caudais, referindo a fase de testes a que esteve sujeito e melhorias já efetuadas.

O quarto capítulo, Transição do Sistema Padrão para um Sistema Utilizado em Ambiente Clínico, onde é descrito todo o funcionamento dos sistemas mais usuais em hospital, as adaptações que foram necessárias realizar comparativamente com o sistema padrão e as diferenças entre ambos os sistemas. Neste capítulo são ainda apresentados os novos componentes deste sistema.

No capítulo Cálculo de Incertezas, quinto capítulo, são apresentados os fundamentos teóricos para a determinação e avaliação do erro e incerteza de medição. Ainda neste capítulo é feita a identificação de todos os componentes de incerteza numa medição de micro caudal.

No sexto capítulo, Procedimento Experimental, são descritos todos os procedimentos laboratoriais e de calibração utilizados no decorrer do estágio, assim como o procedimento concebido para a calibração de instrumentos doseadores de fluidos.

No penúltimo capítulo da dissertação, Análise e Discussão de Resultados, que diz respeito ao sétimo capítulo, são apresentados os resultados dos ensaios realizados, que serviram de base para a elaboração do procedimento de calibração.

Por fim, o oitavo capítulo, Conclusões e Sugestões de Melhoramento, onde é feita a apresentação das conclusões à análise de resultados do capítulo anterior e descritos possíveis melhoramentos a efetuar futuramente.

2. Enquadramento

2.1 O Sistema Português da Qualidade e o Instituto Português da Qualidade

O Sistema Português da Qualidade (SPQ) é o conjunto integrado de entidades e organizações que seguem princípios, regras e procedimentos internacionalmente aceites, com o objetivo de dinamizar a qualidade em Portugal. O SPQ assegura a coordenação de três subsistemas: Metrologia, Normalização e Qualificação [3].

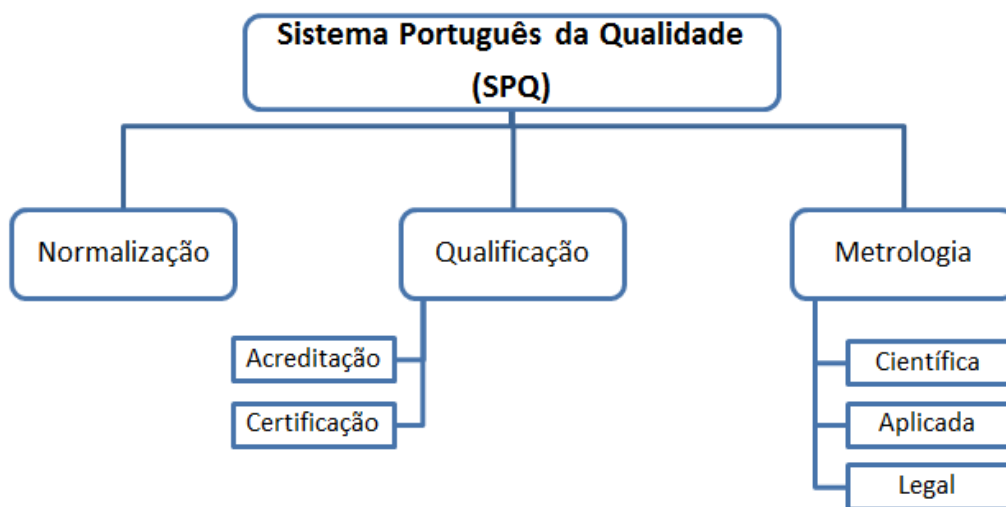


Figura 2.1 - Subsistemas do SPQ [4]

A normalização tem como principal função a elaboração de normas e outros documentos de carácter normativo de âmbito nacional, europeu e mundial. Engloba ainda a formulação, difusão e aplicação das normas nas áreas da ciência, técnica e economia, facilitando assim as trocas comerciais e a livre circulação de produtos e serviços [5].

Existem vários tipos de normas, em função do nível de abrangência do organismo de normalização responsável pela sua publicação, sendo as mais conhecidas as normas internacionais (ISO), as normas europeias (EN) e as normas portuguesas (NP) [4].

O subsistema da qualificação enquadra atividades de acreditação, de certificação, e outras de reconhecimento de competências e de avaliação da conformidade. Tem como objetivo a conformidade de produtos, de serviços e de sistemas da qualidade. A acreditação consiste no processo de reconhecimento de competência de uma entidade para a realização de uma determinada atividade, sendo o Instituto Português de Acreditação (IPAC) responsável por esta tarefa [5].

O subsistema da metrologia encontra-se desenvolvido no Subcapítulo 2.3.

O IPQ é um instituto público, integrado na administração indireta do Estado, dotado de autonomia administrativa e financeira e património próprio, o qual prossegue atribuições do Ministério da Economia e do Emprego (MEE), de acordo com o Decreto-Lei nº71/2012 de 21 de Março de 2012 [6]. Tem por missão a coordenação do SPQ e de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe forem conferidos por lei, assim como a promoção e coordenação de atividades que visem contribuir para demonstrar a credibilidade da ação dos agentes económicos. O IPQ deve ainda assegurar o desenvolvimento das atividades respeitantes à sua função de Laboratório Central de Metrologia (LCM) [6].

No que diz respeito à organização interna do IPQ, pela Portaria nº23/2013, aprovada a 24 de Janeiro de 2013 [7], referente aos estatutos do IPQ, é constituída pelas áreas ilustradas no organograma da Figura 2.2. Fica a cargo do conselho diretivo qualquer alteração nos estatutos do IPQ, como a modificação e a extinção ou criação de áreas [7].

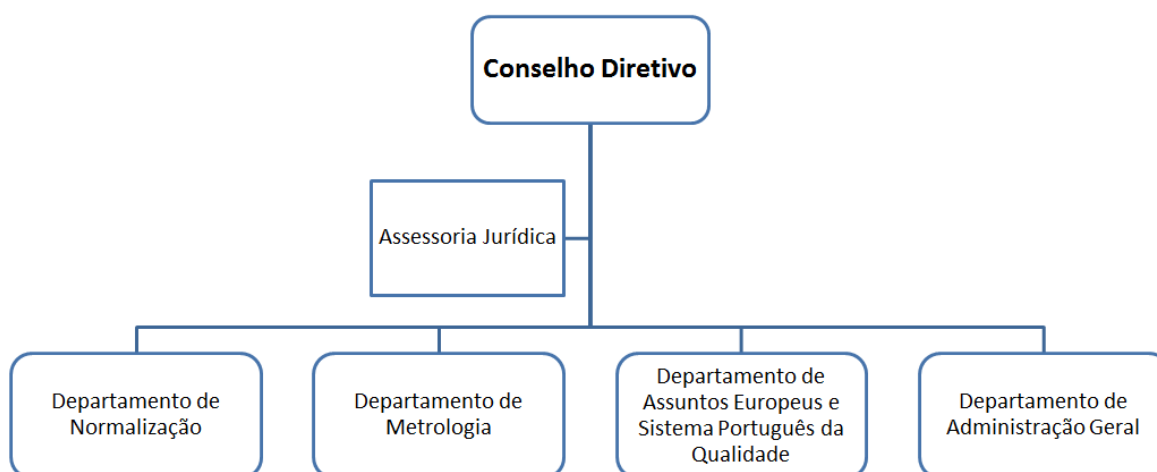


Figura 2.2 - Estrutura organizacional do IPQ [5]

O LVO, onde foi realizado o estágio conducente à presente dissertação, está inserido no Departamento de Metrologia (DMET), assim como outros laboratórios como se observa na Figura 2.3 [5].

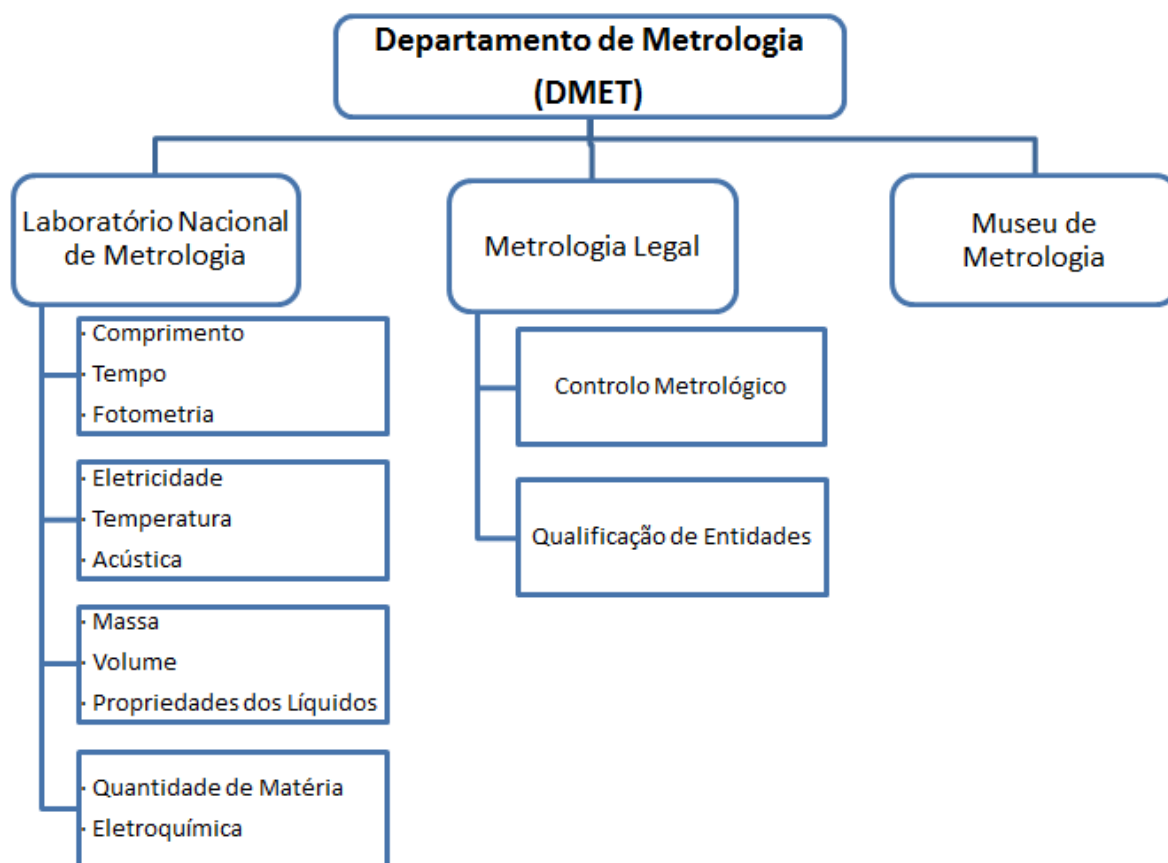


Figura 2.3 - Estrutura orgânica do DMET [5]

2.2 Laboratório de Volume

O LVO é reconhecido como o nível mais alto da cadeia de rastreabilidade em Portugal na área do “Volume”. Presta serviços de calibração à indústria, nomeadamente a organismos de verificação metrológica, laboratórios químicos, analíticos e farmacêuticos. Tem também a função de desenvolver, em parceria com as universidades, vários trabalhos de validação e melhoramento dos métodos/padrões de calibração. Participa regularmente nas comparações da *European Association of National Metrology Institutes* (EURAMET) e ao nível nacional coordena as comparações nacionais em colaboração com o IPAC [8]. Está dividido em duas áreas: pequenos volumes e grandes volumes. Na área dos pequenos volumes é efetuada a calibração de material volumétrico como pipetas, buretas, balões volumétricos, micropipetas, picnómetros, provetas e seringas. Já a área dos grandes volumes é responsável pela calibração de recipientes graduados e volumétricos de maior capacidade, podendo ir até cinco mil litros [8].

A calibração destes equipamentos consiste na medição do volume contido ou escoado no instrumento de medição quando cheio até ao seu traço de referência. Cada instrumento é calibrado de acordo com a norma NP EN ISO 4787 (2011) [9], existindo também uma norma específica para cada um deles [8].

2.3 Metrologia

Entende-se por metrologia a ciência das medições e as suas aplicações. Esta engloba todos os aspetos teóricos e práticos da medição, qualquer que seja a incerteza de medição e o campo de aplicação. É a atividade responsável pela calibração de instrumentos de medição garantindo a qualidade de um determinado produto ou serviço [10], [11].

A primeira aparição metrológica data de 3000 a.C., no Egito, e consistiu na criação de um padrão de medida definido pelo comprimento do braço do faraó, desde o seu cotovelo até à ponta do dedo médio distendido. Uma vez criado o padrão, este era transferido e gravado numa placa de granito negro, passando desta forma a servir de medida de referência por todo o império [11].

Com o passar dos anos, a metrologia veio a revelar-se cada vez mais essencial em sociedade. Todas as civilizações criavam os seus padrões de medição, com o intuito de efetuarem trocas comerciais, sendo os mais conhecidos o alqueire e o metro, que geralmente estavam à entrada de uma povoação, marcados na muralha que ladeava o castelo [11].

Na atualidade, a metrologia é das ciências mais importantes para a humanidade, uma vez que está presente nos mais variados ramos, entre eles a economia, saúde, segurança, etc. É através da metrologia que a medição dos consumos domésticos como a água, a luz e o gás pode ser efetuada. Também ao nível da pureza da água, qualidade do ar ou até da segurança automóvel, o controlo metrológico é essencial. Objetos como um cronómetro, um velocímetro ou os produtos pré-embalados são sujeitos a um controlo metrológico, de forma a garantir a sua qualidade [12].

Sucintamente, a metrologia abrange três atividades [11]:

- Definição de unidades de medida internacionalmente aceites;
- Realização das unidades de medidas através de métodos científicos;
- Estabelecimento de cadeias de rastreabilidade para garantir a precisão de uma medição.

2.4 Categorias Metrológicas

Segundo a União Europeia, a metrologia está separada em três diferentes categorias, sendo elas:

Metrologia científica – tem como grande objetivo a organização e desenvolvimento de padrões de medição, assim como a sua manutenção. Estas atividades são conseguidas através da realização de padrões nacionais, participação em comparações ao nível europeu e rastreabilidade dos padrões de referência. Estas tarefas são desempenhadas pelos laboratórios primários. Estes laboratórios são reconhecidos internacionalmente para a realização de uma unidade de base da metrologia a um nível primário e participam em comparações internacionais [11].

Metrologia industrial – tem como função assegurar o funcionamento dos instrumentos de medição utilizados na indústria, bem como os processos de produção e testes. Estas funções ficam a cargo dos laboratórios acreditados e dos laboratórios nacionais [11].

Metrologia legal – é responsável por garantir a exatidão nas medições, quando estas têm influência nas transações económicas, saúde e segurança. Está diretamente ligada ao consumidor final, sendo os organismos de verificação metrológica e os serviços de metrologia locais responsáveis por esta área da metrologia [11].

2.5 Método Gravimétrico

Com vista à identificação e redução de possíveis erros associados a instrumentos de medição, é necessário determinar o volume da forma mais precisa possível. Para tal, é essencial calibrar estes instrumentos de forma correta e pelos métodos mais adequados, como os métodos gravimétrico ou volumétrico. O método gravimétrico é o único utilizado ao longo da presente dissertação, uma vez que é considerado o “método primário” mais apropriado na medição de volumes, devido à sua elevada exatidão e pequena incerteza associada [13].

Entende-se por gravimetria a determinação do volume de líquido, contido ou escoado pelo instrumento volumétrico. Neste processo são realizadas duas pesagens; primeiramente é pesado um recipiente de pesagem vazio, de seguida é enchido com líquido e por fim é pesado o recipiente cheio. Daqui resulta um valor em massa de líquido obtido pela diferença entre a massa inicial e final do recipiente de pesagem. O volume de líquido é determinado pela Equação 2.1, de acordo com a NP EN ISO 4787 (2011) [9], à temperatura de referência de 20°C. Para além da temperatura de referência, é necessário ter as condições ambientais mais adequadas na sala de ensaio no decorrer do mesmo. A limpeza correta da superfície interna dos instrumentos e recipientes de pesagem não deve ser esquecida, uma vez que a existência de resíduos ou impurezas nestes tem influência direta no resultado de uma medição [9].

$$V_0 = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(T - T_0)] \quad \text{Equação 2.1}$$

Na Tabela 2.1 encontram-se descritas as grandezas presentes na Equação 2.1.

Tabela 2.1 - Descrição e unidades das grandezas presentes na Equação 2.1 [9]

Grandeza	Descrição e Unidades da Grandeza	Unidades
V_0	Volume à temperatura de referência t_0	mL
I_L	Resultado da pesagem final	g
I_E	Resultado da pesagem inicial	g
ρ_w	Massa volúmica do líquido de calibração	g/mL
ρ_A	Massa volúmica do ar	g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança	g/mL
γ	Coefficiente de expansão térmica do material de que é constituído o instrumento a calibrar	°C
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração	°C

2.6 Termos e Definições Metrológicas utilizadas

Os seguintes conceitos são referidos ao longo da presente dissertação, apresentando-se uma breve descrição dos mesmos. Na sua maioria, os termos foram retirados do Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) [10].

- **Caudal volúmico** – Grandeza derivada que representa o escoamento de uma grandeza volúmica quantificável em metros cúbicos por hora (m^3/h), ou em litros por minuto (L/min), ou em mililitros por segundo (mL/s).

- **Coefficiente de expansão térmica cúbico do material** – Valor que representa a variação do volume de um determinado material com a temperatura, a pressão constante.

- **Condição de repetibilidade de medição** – Condição de medição num conjunto de condições que incluem o mesmo procedimento de medição, os mesmos operadores, o mesmo sistema de medição, as mesmas condições operativas e a mesma localização, e medições repetidas no mesmo objeto ou objetos similares, num curto intervalo de tempo.

- **Correção** – Compensação de um efeito sistemático estimado.

- **Erro de medição** – Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência.

- **Erro máximo admissível** – Valor máximo do erro de medição, que diz respeito a um valor de referência conhecido.

▪ **Exatidão de medição** – Aproximação entre um valor medido e um valor verdadeiro de uma mensurada.

▪ **Fidelidade de medição** – Aproximação entre indicações ou valores medidos obtidos por medições repetidas no mesmo objeto ou objetos semelhantes em condições especificadas.

▪ **Fluido** – Substâncias que fluem e podem ser divididas em líquidos e gases. Os líquidos formam uma superfície livre, isto é, quando em repouso, apresentam uma superfície estacionária não determinada pelo recipiente que contém o líquido.

▪ **Grandeza** – Propriedade de um fenómeno, corpo, ou substância, que se pode exprimir quantitativamente sob a forma de um número e de uma referência.

▪ **Gravimetria** – Método de determinação da massa de água escoada ou contida no instrumento a calibrar.

▪ **Incerteza de medição** – Parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensurada a partir das informações usadas.

▪ **Instrumento de medição** – Dispositivo usado para realizar medições, isolado ou em conjunto com dispositivos complementares.

▪ **Massa volúmica** – Quociente entre a massa de um dado volume de líquido e esse mesmo volume (massa da unidade de volume do líquido), a uma dada temperatura. Depende da natureza do líquido, da pressão e da temperatura. Exprime-se em kg/m^3 ou g/cm^3 (g/mL) e o seu símbolo é o “ ρ ”.

▪ **Material “In”** – Material marcado para conter, i.e., recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente contém, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência.

▪ **Material “Ex”** – Material marcado para escoar, i.e., recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente escoa, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência e de seguida esvaziado.

▪ **Material volumétrico** – Material usado na medição de volume.

▪ **Medição** – Processo experimental para obter um ou mais valores razoavelmente atribuíveis a uma grandeza.

▪ **Menisco** – Interface entre o ar e o líquido a ser medido.

▪ **Mensuranda** – Grandeza que se pretende medir.

▪ **Metrologia** – Ciência da medição e suas aplicações.

▪ **Padrão primário** – Padrão estabelecido através de um procedimento de medição primário ou criado como artefacto escolhido por convenção.

▪ **Procedimento de medição primário** – Procedimento de medição de referência usado para obter um resultado da medição sem relação com um padrão de medição para uma grandeza da mesma natureza.

▪ **Procedimento de medição** – Descrição detalhada de uma medição de acordo com um ou mais princípios de medição e um dado método de medição, baseado num modelo de medição e incluindo todos os cálculos para obter um resultado da medição.

▪ **Rastreabilidade metrológica** – Propriedade de um resultado de medição através do qual o resultado pode ser relacionado a uma referência por intermédio de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição.

▪ **Repetibilidade de medição** – Fidelidade de medição para um conjunto de condições de repetibilidade.

▪ **Reprodutibilidade de medição** – Fidelidade de medição para um conjunto de condições de reprodutibilidade.

▪ **Resultado de medição** – Conjunto de valores que são atribuídos à mensurada juntamente com qualquer outra informação relevante.

▪ **Sistema de medição** – Conjunto de um ou mais instrumentos de medição montado e adaptado para fornecer informações destinadas à obtenção dos valores medidos, dentro de intervalos específicos.

▪ **Tempo de resposta** – Período de tempo que é necessário esperar depois do escoamento total do instrumento (pipetas de escoamento total) ou antes do acerto final do menisco (buretas e pipetas de escoamento diferencial).

▪ **Unidade de medida** – Grandeza escalar, definida e adotada por convenção, com a qual qualquer outra grandeza da mesma natureza pode ser comparada para exprimir a relação das duas grandezas sob a forma de um número.

▪ **Valor nominal** – Arredondado ou aproximado de uma grandeza que caracteriza um instrumento de medição ou um sistema de medição que serve de guia para a sua utilização.

▪ **Viscosidade** – Propriedade física que caracteriza a resistência de um fluido ao escoamento, a uma dada temperatura.

▪ **Volume** – Grandeza derivada que quantifica o espaço ocupado por um corpo, no espaço tridimensional de um referencial ortogonal. Com unidade derivada do metro, o metro cúbico.

3. Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos

A par da presente dissertação, o projeto MeDD já contempla duas teses anteriores, responsáveis pela conceção e desenvolvimento de um sistema padrão para medição de micro caudais. Este sistema passou por diversas fases de testes com vista ao melhoramento do mesmo, de forma a obter o padrão final de medição de micro caudais. São exemplos destes testes, os testes realizados à evaporação, à imersão de ponta, impulsão, repetibilidade, entre outros.

Dada a complexidade do sistema e o facto de lidar com muitas variáveis que podem influenciar o caudal, foi necessário ter em conta o tipo de material a utilizar nas tubagens, o tipo de gerador de caudal que melhor se adequaria, uma válvula para direcionar o caudal, bem como a balança e o *software* de aquisição de dados.

Foram então concebidos dois sistemas padrão, um para medição de micro caudais entre 0,006 mL/h e 20 mL/h e outro para um intervalo de caudais compreendido entre 20 mL/h e 600 mL/h.

3.1 Gerador de Caudal

De entre os inúmeros sistemas doseadores de líquidos existentes no mercado, o escolhido foi a *Syringe Pump Nexus 3000* da *Chemyx*, Figura 3.1. Esta opção teve como base o caudal a que este opera, $9,36 \times 10^{-8}$ mL/h a $1,8 \times 10^4$ mL/h, e o facto de ter um fluxo de caudal estável e contínuo. Esta segunda característica pode ser constatada pelo facto do gerador de caudal atuar com cerca de 300 incrementos por minuto, o que permite um avanço suave da seringa proporcionando um escoamento mais estável. Os incrementos por minuto dizem respeito ao avanço do atuador sobre a seringa, o que significa que o sistema é tanto melhor quanto maior o número de incrementos. Esta bomba apresenta ainda a vantagem de poder ser utilizada com uma ou duas seringas em simultâneo, o que origina uma maior estabilidade do escoamento no caso de se optar pela segunda opção [14].

Tabela 3.1 - Especificações técnicas do gerador de caudal *Nexus 3000* da *Chemyx* [14]

Caudal Mínimo	$9,36 \times 10^{-8}$ mL/h
Caudal Máximo	$1,8 \times 10^4$ mL/h
Erro Máximo Admissível	$\pm 0,35$ %



Figura 3.1 - Gerador de caudal *Nexus 3000* da *Chemyx*

3.2 Seringas

Atualmente existem no mercado seringas de diferentes tipos de material, como polipropileno, vidro ou aço inoxidável. Inicialmente o sistema padrão foi testado com seringas em aço inoxidável da marca *Chemyx*, dado que eram as únicas disponíveis no LVO.

Na segunda fase de testes do sistema padrão, o LVO adquiriu seringas em vidro, tendo realizado testes e concluído que estas apresentavam melhores resultados do que as em aço inoxidável. Esta melhoria deve-se essencialmente à impossibilidade de observar a existência de bolhas no interior das seringas em inox, o que pode originar uma perturbação significativa no escoamento. O aparecimento de bolhas de ar pode ocorrer também nas seringas em vidro durante o enchimento, no entanto, através da transparência das mesmas é possível observar a sua existência e, nesse caso, efetuar um novo enchimento de forma a evitar a entrada de bolhas. Outro facto que favorece as seringas em vidro é o facto de estas apresentarem um menor atrito interno do que as em aço inoxidável, o que permite o deslocamento do êmbolo de forma mais suave.



Figura 3.2 - Seringas de 25; 10; 5; 2,5; 0,5; 0,1 (mL) da ILS da esquerda para a direita

3.3 Tubagem

O material escolhido para a tubagem foi um aço inoxidável, com base no facto de ser um material com uma taxa de absorção consideravelmente baixa e um coeficiente de expansão térmica baixo. Isto minimiza a deformação do material da tubagem quando este é sujeito a variações de temperatura, o que poderia perturbar a passagem do fluido. A tubagem em aço inoxidável possibilita que seja facilmente dobrada, sendo necessário ter algum critério ao dobrar de forma a manter o diâmetro da secção constante [15].

Como grande desvantagem apresenta o facto de não ser possível visualizar a passagem de fluido no seu interior, o que significa que qualquer bolha de ar presente não é visível, sendo apenas detetável através da análise de dados.

No que diz respeito ao diâmetro da tubagem a escolhida foi 1/16'' para caudais entre os 0,006 mL/h e 20 mL/h, e diâmetro 1/8'' para caudais maiores de 20 mL/h a 600 mL/h [15].

3.4 Válvula para Direccionamento do Caudal

Com o objetivo de direccionar o escoamento, foi necessário adicionar ao sistema uma válvula responsável por esta função. A princípio optou-se por uma válvula de distribuição de controlo manual, de 5 vias, da marca *swagelok*, com uma via fixa e 4 variáveis. No entanto, o facto de ser manuseada por um utilizador e de o diâmetro de entrada desta válvula ser 1/8'', o que obrigava à aplicação de ligações redutoras entre a válvula e a tubagem, revelaram-se desvantagens. Estas duas características podem originar fugas de caudal ou entradas de ar no sistema, influenciando os resultados obtidos.

Uma vez que as desvantagens da válvula manual seriam mais notórias no sistema para medição de caudais entre 0,006 mL/h e 20 mL/h, foi implementada uma válvula de controlo automático e restringiu-se o uso da válvula manual unicamente para o sistema de medição de micro caudais entre 20 mL/h e 600 mL/h. A grande vantagem desta implementação foi o facto do processo de direccionamento do escoamento passar a ser feito de forma completamente automatizada, diminuindo os erros associados ao utilizador. A direcção do escoamento é agora escolhida por meio de um *software* instalado num computador ligado diretamente à válvula [15].

A válvula escolhida foi a *Intellect II* da *Koehn Company*, ilustrada na Figura 3.3. Esta válvula apresenta 5 vias, sendo uma das vias fixas e 4 variáveis, tal como acontecia com a válvula manual. A via fixa é conectada diretamente com saída das seringas, sendo as restantes conectadas com um recipiente para a alimentação das seringas, outra para um sistema de purga e outra conectada à balança. Resta ainda uma via que fica sem qualquer função [15].

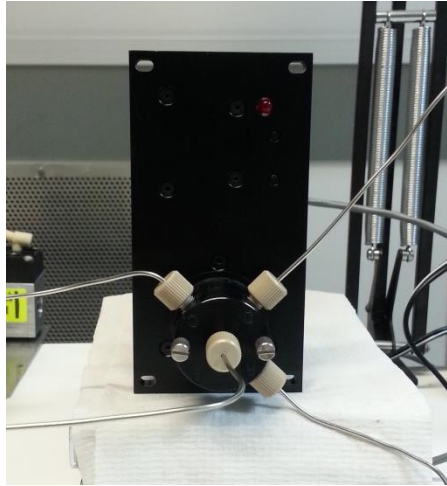


Figura 3.3 - Válvula automática

3.5 Desgaseificação de Água

O sistema de desgaseificação de água foi aplicado com o intuito de diminuir a entrada de bolhas de ar durante o processo de enchimento das seringas. Para realizar esta tarefa foi adquirido pelo LVO, o *Vacuum Degassing Chambers* da *Systec*.

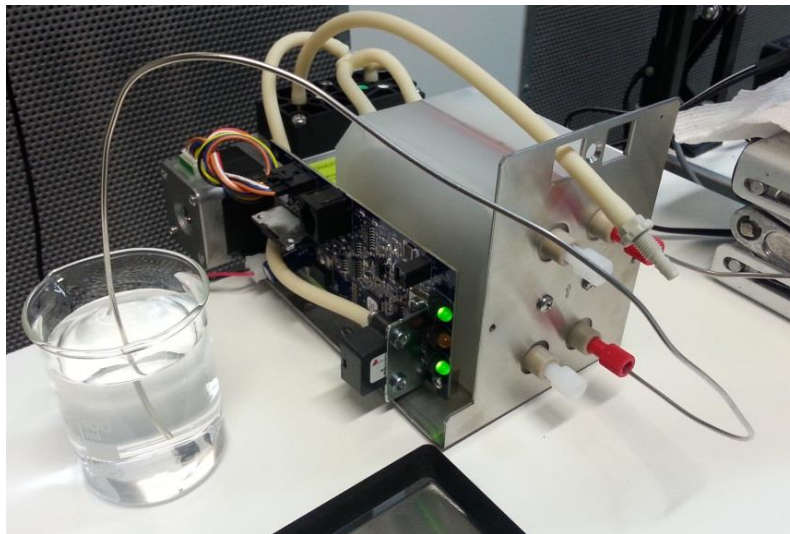


Figura 3.4 - Sistema de desgaseificação de água da Systec

Tal como se pode observar pela Figura 3.4, a via de entrada do desgaseificador está ligada a um recipiente que contém a água. O seu princípio de funcionamento está assente no facto do sistema possuir uma bobina constituída por uma membrana impermeável, que realiza a filtragem da água, forçando as partículas gasosas a abandonar o caudal. Deste modo, à saída do equipamento, a água sai desgaseificada, i.e., sem partículas gasosas [16].

Este sistema, juntamente com o enchimento automático das seringas através do gerador de caudal, diminui a existência de bolhas de ar no fluido, mesmo que não sejam visíveis a olho nu,

tornando o sistema mais eficiente. Para a alta eficiência deste sistema contribui também o facto da água utilizada ser água ultra pura, produzida no LVO através de um sistema de tratamento de água.

Na fase inicial da conceção do sistema, a purificação da água era feita através de um processo de desarejamento, que consistia no aquecimento de água num banho de ultrassons. Quando comparados os resultados obtidos com o desgaseificador ou com o desarejamento da água, tornou-se evidente que o desgaseificador seria a melhor opção para tornar o sistema mais eficiente [15].

3.6 Sistema de Purga

Este sistema de purga está ligado à válvula automática e tem como objetivo eliminar as bolhas de ar presentes na tubagem, evitando que estas sigam para o recipiente de pesagem e influenciem o caudal. Este processo consiste na passagem de um caudal vindo do gerador de caudal, normalmente a uma velocidade elevada e durante poucos segundos, de forma a garantir que todo o sistema está em carga e sem bolhas de ar no interior dos tubos.

3.7 Sensor de Pressão

A existência de geradores de caudal, como por exemplo os caudalímetros, que apresentam pressões máximas de trabalho da ordem de 1 bar, obrigou à instalação de um sensor de pressão a montante da balança. A sua instalação teve como objetivo averiguar a pressão no interior da tubagem exercida pelo fluido quando o sistema está em carga [15].

A montagem deste sensor torna-se vantajosa, uma vez que com o sensor de pressão é possível detetar algum entupimento ou fuga de caudal no sistema, resultando num aumento ou diminuição da pressão interna, respetivamente.

O sensor de pressão escolhido foi o da marca *General Electrical Company* ilustrado na Figura 3.5, composto por uma sonda de medição de pressão e um ecrã *display* da *Nokeval*.



Figura 3.5 - Sensor de pressão e componentes respetivos

Na Tabela 3.2, podem ser vistas as especificações técnicas do sensor de pressão.

Tabela 3.2 - Especificações técnicas do sensor de pressão [17]

Resolução	0.001 bar
Alcance	70 mbar – 700 bar
Precisão	$\pm 0,04\%$

3.8 Controlo da Evaporação

É fundamental ter em conta a possibilidade de existir evaporação no decorrer de um ensaio de micro caudal, devido à sua elevada influência nos resultados obtidos. À medida que o tempo de ensaio aumenta e o fluxo de caudal diminui, o seu efeito torna-se mais notório, tal como se encontra testado nas teses anteriores.

Quando o fluido chega ao recipiente de pesagem fica em contacto com o ar e exposto à evaporação. Contribui para a redução da evaporação o facto de o compartimento de pesagem da balança ser fechado; no entanto, este não é suficientemente eficaz. Para uma diminuição do efeito da evaporação, foi instalado um sistema designado por *evaporation trap* (armadilha de evaporação), que promove a saturação do ar envolvente ao recipiente de recolha do fluido. De acordo com a norma ISO 8655, para a calibração de pipetas este sistema é altamente recomendado uma vez que consegue reduzir o efeito de evaporação 59 vezes [18].



Figura 3.6 - Evaporationtrap [18]

Este sistema, apresentado na Figura 3.6, possui uma cápsula exterior que envolve o recipiente de pesagem, onde é possível colocar água, ou até um óleo, que será responsável por aumentar a saturação no interior do envólucro. Consequentemente, a taxa de evaporação do líquido contido no recipiente de recolha irá diminuir. Este sistema possui uma tampa na parte superior, isolando ainda mais o recipiente de pesagem, ficando apenas um orifício no topo da cápsula para a passagem da tubagem. Acoplado a este sistema existe ainda um recipiente em vidro com capacidade de 6 mL, designado por recipiente de pesagem, uma vez que é para este que escoar o caudal que passa no sistema dirigido à balança.

No entanto, a *evaporation trap* apenas é utilizada no padrão de medição de menores caudais, devido à limitação do recipiente de pesagem. No padrão com intervalo de caudais mais elevado, a solução passou por um balão volumétrico com capacidade de 200 mL, tendo sido feito o respetivo estudo em relação à evaporação, para correção dos resultados obtidos. Apesar de a evaporação de fluido ser maior com o balão volumétrico, o seu efeito não é tão relevante, uma vez que os caudais ensaiados neste sistema são substancialmente mais elevados.

3.9 Balança

Dada a limitação de capacidade já referida do recipiente de pesagem, e uma vez que este apenas pode ser acoplado a uma das balanças no LVO, foi necessário escolher duas balanças para os dois sistemas concebidos.

De entre as balanças disponíveis no LVO, a balança selecionada para fazer a leitura dos valores de massa de fluido recolhido pelo copo de pesagem, para o intervalo entre 0,006 mL/h e 20 mL/h, foi a *Mettler Toledo AX26 Comparator*. Esta escolha baseou-se no facto de ser a balança com melhor resolução de entre as existentes da ordem das 10^{-6} g. Para o sistema padrão de medição de caudais entre 20 mL/h e 600 mL/h, a balança escolhida foi a *Mettler Toledo XP205*, com uma resolução de 10^{-5} g, onde já é possível colocar o balão volumétrico.

Ambas as balanças apresentam dois modos distintos de pesagem: “modo normal” ou “método *dosing*”. O primeiro é geralmente utilizado para pesagens em ensaios estáticos e consiste na receção de um fluido por parte da balança; de seguida, é necessário aguardar até que esta estabilize e por fim é feita a leitura do valor de massa. Este modo é muito utilizado em pesagens de massa de fluido para pipetas ou micropipetas por exemplo.

Já o “método *dosing*” diferencia-se do anterior por considerar a variável tempo. Neste modo a massa vai aumentando, não sendo necessário esperar que a balança estabilize, dado que esta vai lendo diferentes valores de caudal ao longo do tempo. Este modo é geralmente utilizado para ensaios dinâmicos, uma vez que apresenta uma resposta rápida a qualquer variação de peso. São exemplos disso quaisquer ensaios realizados com sistemas perfusores ou caudalímetros. Desta forma, o “método *dosing*” é o método mais adequado a utilizar no decorrer dos ensaios com os sistemas padrão [18].

Na Tabela 3.3, encontram-se algumas das especificações técnicas das duas balanças utilizadas.

Tabela 3.3 - Especificações técnicas da balança Mettler Toledo AX26 Comparator e XP205 [18]

		AX26	XP205
Resolução	-	10^{-6} g	10^{-5} g
Carga Máxima	-	22 g	220 g
Repetibilidade	Em carga máxima	0,002mg	0,03 mg
Linearidade	Em todo o intervalo	0,006 mg	0,1 mg
	Dentro de 500 mg	0,004 mg	-
Tempo de Estabilização	Típico	14 – 18 s	2,5 s
Sensibilidade	Variação de temperatura (10 – 30 °C)	± 1.0 ppm/°C	± 1.0 ppm/°C
	Estabilização a longo prazo	± 1.0 ppm/ano	± 1.0 ppm/ano

Ambas as balanças estão diretamente ligadas a um computador, permitindo a recolha das leituras de massa pelo programa *LabVIEW* (*Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*), desenvolvido no subcapítulo seguinte.

3.10 Software de Aquisição de Dados – *LabVIEW*

O *LabVIEW* é um *software* base de linguagem de programação da *National Instruments*, utilizado no desenvolvimento de um sistema de medição ou controlo. É uma ferramenta de aquisição, análise e visualização de dados.

Com inúmeras aplicações, tais como a aquisição de dados, o processamento de sinais ou a automatização de sistemas de teste e validação, tem como objetivo simplificar o desenvolvimento de uma vasta gama de aplicações. O *LabVIEW* é considerado um sistema de desenvolvimento voltado para a resolução de problemas, produtividade acelerada e inovação contínua o que favorece a obtenção de resultados mais rapidamente. Uma vez que a sua programação é simples e de fácil compreensão quando comparado com outros sistemas análogos, é considerado um programa útil no desenvolvimento de uma ampla gama de aplicações. A sua programação permite ao utilizador a combinação de equações matemáticas e algoritmos com medições de sinais em tempo real, de uma forma acessível [19].

Apresenta como principais vantagens a facilidade de compreensão por parte do utilizador comum, uma vez que oculta a complexidade de programação e o facto de ser compatível com uma grande variedade de dispositivos quer de *hardware* quer de *software* [19].

Com base nisto, o *LabVIEW* foi o *software* escolhido para realizar a aquisição e o tratamento de dados recolhidos pela balança. Desta forma, a leitura do caudal é simplificada e permite ter uma real noção dos resultados obtidos. O seu funcionamento detalhado encontra-se no Anexo I.

3.11 Componentes do Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais

3.11.1 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 0,006 mL/h e 20 mL/h

Resumidamente, a montagem final do sistema ilustrado na Figura 3.7, apresenta os seguintes componentes:

- Gerador de caudal – *Nexus3000*;
- Seringas em vidro;
- Tubagem – 1/16’’ em aço inoxidável;
- Válvula automática de 5 vias – *Intellect II da Kohen*;
- Desgaseificador de água – *Vacuum Degassing Chambers* da *Systec*;
- Recipiente de purga – copo de vidro;
- Sensor de pressão – *Nokeval*;
- Sistema de controlo de evaporação – *Evaporation trap*;

- Copo de pesagem – copo de vidro com 6 mL de capacidade;
- Balança – *Mettler Toledo AX26 Comparator*;
- *Software* de aquisição de dados – *LabVIEW*;
- Computador de apoio.

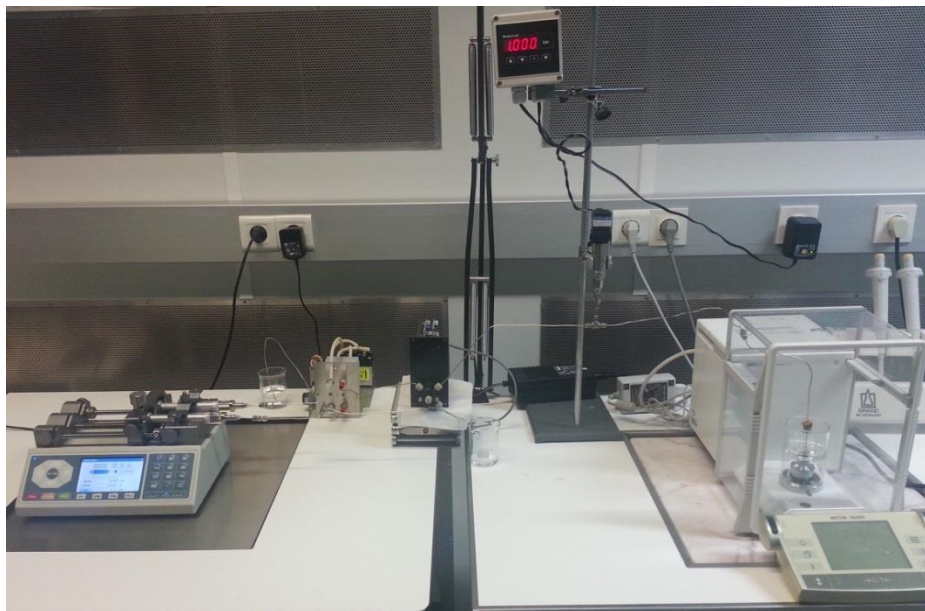


Figura 3.7 - Padrão de medição de micro caudais 0,006 mL/h a 20 mL/h

3.11.2 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h e 600mL/h

Este sistema, ilustrado na Figura 3.8, é idêntico ao anterior com pequenas modificações, sendo a principal o facto de não utilizar o desgaseificador de água. Apresenta os seguintes componentes:

- Gerador de caudal – *Nexus3000*;
- Seringas em vidro;
- Tubagem – 1/8'' em aço inoxidável;
- Válvula manual de 5 vias – *Swagelok*;
- Reservatório de líquido de calibração;
- Recipiente de purga – copo em vidro;
- Sensor de pressão – *Nokeval*;
- Recipiente de recolha – Balão volumétrico com 200 mL de capacidade;
- Balança – *Mettler Toledo XP205*;
- *Software* de aquisição de dados – *LabVIEW*;
- Computador de apoio.



Figura 3.8 - Padrão de medição de micro caudais 20 mL/h a 600 mL/h [15]

4. Transição do Sistema Padrão para um Sistema Utilizado em Ambiente Clínico

Finalizados os dois sistemas que serviriam de padrão de medição de micro caudais e toda a fase de testes em redor dos mesmos, foi necessário fazer a adaptação do padrão para uma situação real em hospital. Deste modo, alguns dos componentes utilizados inicialmente tiveram de ser substituídos ou até excluídos neste novo sistema.

Os instrumentos doseadores de fluidos mais usuais em ambiente hospitalar são as bombas peristálticas e seringas perfusoras, onde desempenham funções como hidratação e nutrição de doentes podendo também ter funções terapêuticas como a administração de fármacos. Ao nível médico, para caudais substancialmente baixos é utilizada a seringa perfusora, como por exemplo na neonatologia, e a bomba peristáltica para caudais mais elevados, no caso de doentes adultos.

Tal como aconteceu com o sistema padrão, também foram concebidos dois sistemas em ambiente clínico dependendo do caudal a ensaiar. Surgiu então a necessidade de proceder a adaptações nestes novos sistemas, desde logo pela alteração do gerador de caudal e o material da tubagem passar a ser teflon¹. São excluídos destes novos sistemas o desgaseificador, o sensor de pressão e a válvula automática. Esta última modificação prende-se com o facto da nova tubagem ser em teflon, o que inviabiliza ligar o gerador de caudal à válvula automática e, consequentemente, ao desgaseificador e ao sensor de pressão.

Também o sistema de purga teve de ser modificado, uma vez que sem a válvula automática não é possível direccionar o caudal. Deste modo, para proceder à eliminação de alguma bolha de ar presente no interior do sistema, em primeiro lugar é enviado uma certa quantidade de fluido para um copo, com caudal elevado, e só posteriormente para o recipiente de pesagem. No que diz respeito ao *software* de aquisição de dados, este continua a ser o *LabVIEW*.

Ao longo de todo o projeto o LVO contou com a colaboração da área de neonatologia do Hospital Garcia de Orta (HGO) e da *B. Braun Portugal*². A parceria com o HGO foi fundamental para compreender a utilização dos instrumentos doseadores de fluidos ao nível hospitalar, assim como para conhecer o tipo de caudais de trabalho dos instrumentos, linhas de perfusão e fluidos doseados em ambiente clínico. A parceria com a *B. Braun Portugal* foi igualmente importante, uma vez que forneceu ao LVO todo o material médico necessário para a realização dos ensaios, como os instrumentos doseadores de fluidos, diversas seringas, linhas e acessórios.

¹ Polímero denominado politetrafluoretileno.

² Empresa de origem alemã especializada no desenvolvimento, produção, comercialização e distribuição de material médico-cirúrgico.

Foram fornecidos pela *B. Braun* dois instrumentos doseadores de líquidos, uma seringa perfusora e uma bomba peristáltica. Segundo indicação do fabricante, estes dois instrumentos operam a diferentes fluxos de caudal. Por esta razão, os dois sistemas foram concebidos para uintervalos de caudais distintos, um para caudais mais reduzidos (com a seringa perfusora) e outro para caudais superiores a 40 mL/h com a bomba peristáltica.

4.1 Seringa Perfusora

O sistema concebido com a seringa perfusora diferencia-se do sistema padrão para micro caudais entre 0,006 mL/h e 20 mL/h, desde logo porque utiliza um gerador de caudal diferente, mas também apresenta alterações nas seringas e na tubagem. No que diz respeito à balança utilizada para recolha de dados, será a mesma que no sistema padrão, a *Mettler Toledo AX26 Comparator*, assim como a *evaporation trap* que tem neste sistema a mesma função. A escolha desta balança permaneceu a mesma, uma vez que é a balança com melhor resolução presente no LVO, 10^{-6} g.

4.1.1 Gerador de Caudal

Comparativamente ao gerador de caudal utilizado no sistema padrão, a seringa perfusora diferencia-se por só funcionar com uma seringa ao invés das possíveis duas da *Nexus 3000*. A seringa perfusora utilizada é a *Perfusor®Space* da *B. Braun* ilustrada na Figura 4.1, destinada a doentes adultos, pediátricos e neonatais.



Figura 4.1 - *Perfusor®Space* da *B.Braun* em funcionamento

A *Perfusor®Space* possui um parafuso sem fim, que se ajusta automaticamente à seringa acoplada ao instrumento. O seu princípio de funcionamento está assente num motor elétrico que aciona o movimento de três rodas dentadas que engrenam entre si. Uma das rodas dentadas está engrenada no parafuso sem fim, originando o seu movimento, sendo a sua velocidade influenciada pela velocidade da roda dentada ligada ao motor elétrico.

O avanço ou recuo do sem fim está dependente do sentido de rotação das rodas dentadas. A velocidade aplicada pelo motor elétrico nas rodas dentadas depende da seringa utilizada e do caudal a debitar.

No que diz respeito ao tratamento de doentes, esta seringa apresenta como grande vantagem o facto de ser possível alterar a taxa de caudal ou a duração do tratamento no decorrer de uma terapia. Outra vantagem é o facto de ser possível conectar diversos equipamentos em série, o que significa que quando o nível de fluido presente numa seringa estiver a terminar esta passará de imediato para outra, não existindo interrupção na terapia.

Este instrumento possui ainda diversos alarmes de aviso, como o de pré-aviso de uma seringa quase vazia, o de pressão elevada caso exista algum constrangimento na linha, de final de uma terapia, entre outros. Permite ainda gravar no equipamento 1500 nomes de fármacos, assim como 15 perfis de possíveis doentes [20].

Na Tabela 4.1 encontram-se algumas das especificações do equipamento.

Tabela 4.1 - Especificações técnicas da *Perfusor@Space* [20]

Taxa de Fluxo de Caudal	(0,01 – 1800) mL/h
Erro Máximo Admissível (EMA)	$\pm 2 \%$
Intervalo de Temperaturas	5 °C – 40 °C
Intervalo de Humidade	30 % – 90 %
Capacidade das Seringas a Utilizar	2 mL até 50 mL

4.1.2 Seringas

O material das seringas utilizadas neste sistema é polipropileno³, uma vez que são as únicas com a qual a seringa perfusora é compatível, concretamente as seringas *OPS (Original Perfusor Syringe)* ou *Omnifix* da marca *B. Braun*. Tal como as seringas em vidro, a grande vantagem da sua utilização é o facto de se ser possível observar o fluido contido no interior devido à transparência do barril, o que permite visualizar a presença de eventuais bolhas de ar ou impurezas.

³ Polímero, termoplástico de baixo custo e fácil de processar. Apresenta elevada rigidez e resistência à temperatura e a solventes químicos.



Figura 4.2 - Seringas de 50, 20, 10, 5 e 2 (mL) da esquerda para a direita

Outra característica importante é o facto de estas seringas possuírem terminais *LuerLock*, isto é, na extremidade da seringa existir uma rosca interior que permite conectar a seringa com tubagens, agulhas ou torneiras para doseamento de fármacos, visível na Figura 4.3.

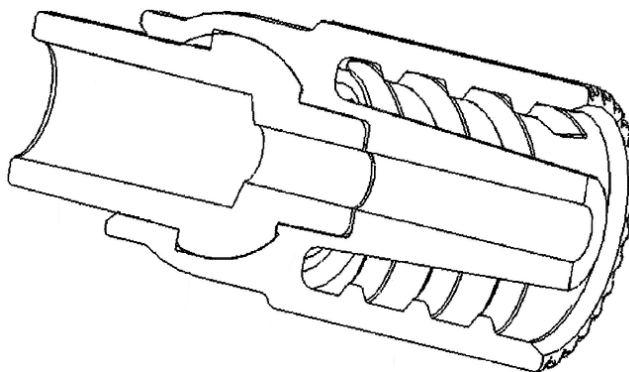


Figura 4.3 - Rosca interna na extremidade de uma seringa com *LuerLock* [21]

O sistema de encaixe *LuerLock* é um sistema normalizado, que está de acordo com a norma SS EN 1707: 1996 [21], e que faz a ligação entre uma rosca macho (seringa) e uma fêmea (tubagem, agulha ou acessórios), conforme ilustrado na Figura 4.4, o que permite conectar a seringa de forma simples e rápida, prevenindo possíveis fugas de caudal e entradas de ar.



Figura 4.4 - Ligação *LuerLock* entre a seringa e a tubagem

4.1.3 Tubagem

Neste sistema a tubagem é em teflon, polímero que possui um baixo coeficiente de atrito, facilitando a passagem de caudal. É denominada por linha de perfusão e, tal como o material das seringas, também permite visualizar o interior da tubagem. O diâmetro exterior da linha é de 1,9 mm e tem um comprimento de 1500 mm.

A tubagem possui duas extremidades, estando uma ligada à seringa e a outra ligada a uma agulha denominada agulha de injeção. Ambas as ligações são feitas através do sistema de encaixe *LuerLock*. Uma vez que as duas extremidades possuem este sistema, é possível fazer a ligação com outros acessórios, tais como filtros ou torneiras para doseamento ou mistura de fármacos.

4.1.4 Componentes do Sistema com a Seringa Perfusora

Na Figura 4.5 apresenta-se o sistema com a seringa perfusora, que contempla os seguintes componentes, sendo que alguns são opcionais:

- Gerador de caudal – *Perfusor®Space*;
- Seringas em polipropileno;
- Linha de perfusão em teflon;
- Sistema de controlo de evaporação – *evaporation trap*;
- Copo de pesagem – copo de vidro com 6 mL de capacidade;
- Agulha de injeção;
- Acessórios – filtros ou torneiras;
- Balança – *Mettler Toledo AX26 Comparator*;
- *Software* de aquisição de dados – *LabVIEW*;
- Computador de apoio.

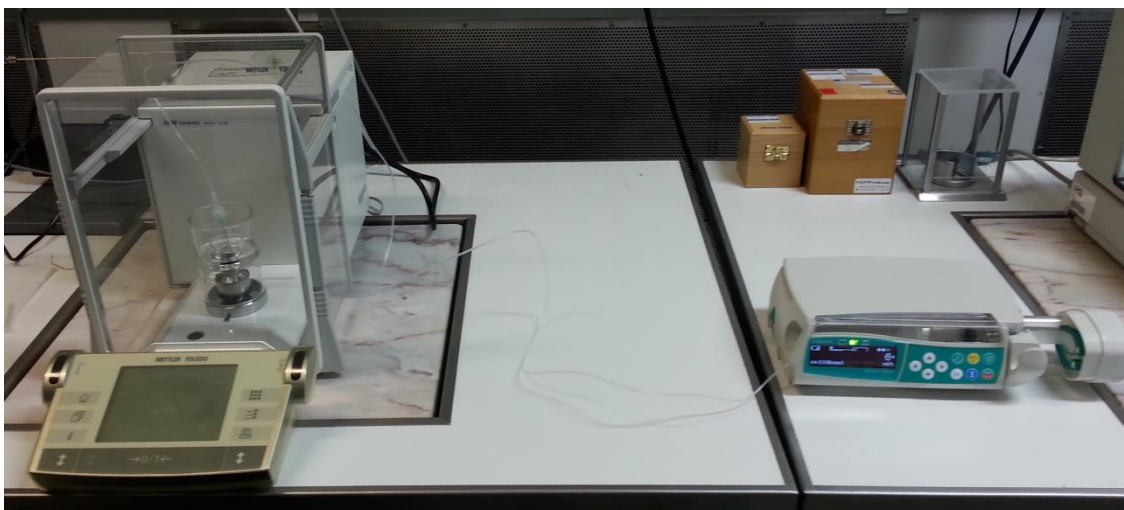


Figura 4.5 - Sistema com a seringa perfusora

No Anexo II são apresentados de forma detalhada os componentes do sistema com a seringa perfusora.

4.2 Bomba Peristáltica

O sistema com a bomba peristáltica assemelha-se ao sistema padrão para medição de micro caudais. Contudo, dado que a bomba opera num intervalo de caudal elevado, de 20 mL/h a 600 mL/h, este facto impossibilita a utilização *evaporation trap*, sendo necessário um recipiente de pesagem com uma capacidade superior. A balança utilizada é a *Mettler Toledo XP205*, pois tem maior capacidade que a *Mettler Toledo AX26 Comparator*, o que se adequa a ensaios de maior caudal.

4.2.1 Gerador de Caudal

O gerador de caudal utilizado neste sistema foi a *Infusomat®Space* da marca *B. Braun*, ilustrada na Figura 4.6, denominada por bomba peristáltica. Diferencia-se quer da *Nexus 3000* quer da *Perfusor®Space*, por não utilizar qualquer seringa acoplada ao instrumento, uma vez que neste equipamento a tubagem é introduzida manualmente no interior da bomba, não sendo necessário recorrer a seringas.



Figura 4.6 - Infusomat®Space da B. Braun em funcionamento

A denominação de bomba peristáltica está diretamente relacionada com o princípio de funcionamento do equipamento, uma vez que este instrumento apresenta um comportamento semelhante aos movimentos peristálticos⁴ realizados por alguns órgãos do sistema digestivo.

À semelhança do princípio de funcionamento da *Perfusor@Space*, também este instrumento possui um motor elétrico conectado a três rodas dentadas que engrenam entre si. Estas rodas dentadas são responsáveis pelo avanço de pequenas hastes plásticas, denominadas *fingers pump*, presentes no guia de linha onde é inserida a linha de perfusão, de acordo com a Figura 4.7. Estas hastes realizam um movimento peristáltico e têm como função pressionar a linha de perfusão contra a porta do equipamento, forçando a passagem de caudal. O movimento inicia-se na primeira haste e apenas transita para a segunda quando a primeira finaliza o seu movimento, o que significa que o movimento entre hastes é independente.

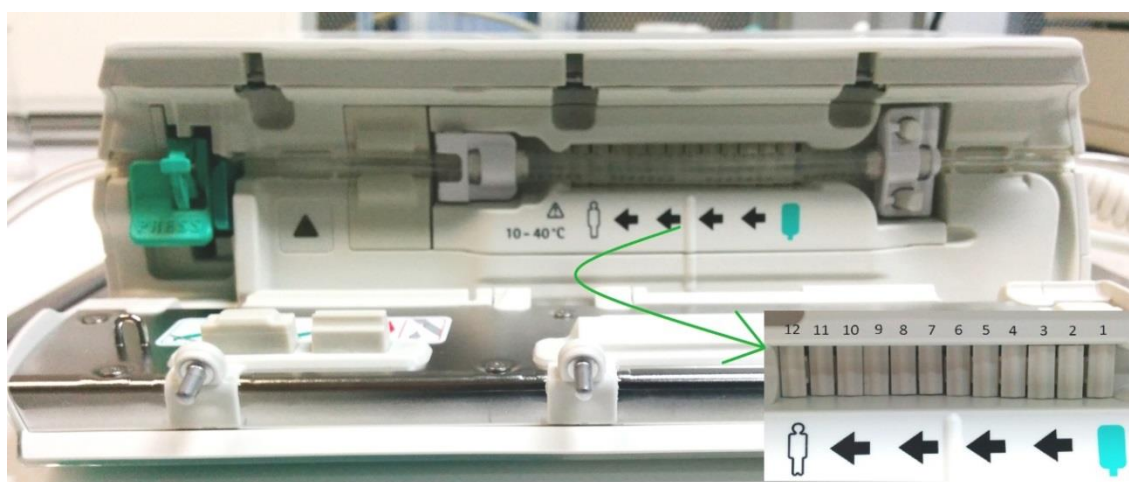


Figura 4.7 – *Fingers pump* presentes no guia de linha da bomba peristáltica

A razão pela qual a bomba peristáltica apenas deve ser utilizada para intervalos de caudal superiores a 40 ml/h (segundo indicação do fabricante) está diretamente relacionada com o seu princípio de funcionamento. Conforme ilustrado na Figura 4.7, a bomba apresenta 12 hastes, e quando cessa o movimento da décima segunda transita para a primeira, originando uma queda de pressão no sistema, em resultado do recuo simultâneo de todas as hastes. Esta queda de pressão provoca uma aspiração de fluido por parte do instrumento, com o objetivo de colocar toda a tubagem em carga após o recuo das hastes. Esse volume de fluido aspirado denomina-se por volume morto.

Caso se pretenda administrar um caudal reduzido, a transição da última haste para a primeira é feita de forma morosa, influenciando significativamente os resultados obtidos. Quanto mais elevado é o caudal a debitar, mais rápida é transição de hastes e por consequência o efeito do volume morto é menos notório.

⁴ Movimentos involuntários realizados por alguns órgãos do sistema digestivo, como o intestino ou o esófago, responsáveis pela movimentação do bolo alimentar.

Tal como a *Perfusor®Space*, esta bomba também é aconselhada para o tratamento de doentes adultos, pediátricos e neonatais. No entanto, de acordo com a informação fornecida pelo HGO, as bombas peristálticas apenas devem ser utilizadas em doentes adultos.

Ao nível de *software* os dois equipamentos são muito similares, permitindo a *Infusomat®Space* alterar o caudal, ou o tempo de perfusão no decorrer de uma terapia, assim como ser conectada com outros equipamentos. Apresenta também alarmes de pré-aviso, assim como listagem de fármacos [22].

Na Tabela 4.2 apresentam-se algumas especificações da *Infusomat®Space*.

Tabela 4.2 - Especificações técnicas da *Infusomat®Space* [22]

Taxa de Fluxo de Caudal	(0,1 – 1200) mL/h
Erro Máximo Admissível (EMA)	± 5 %
Intervalo de Temperaturas	10 °C – 40 °C
Intervalo de Humidade	30 % – 90 %

4.2.2 Tubagem

À semelhança da tubagem utilizada na seringa perfusora, o material da linha utilizada neste sistema também é teflon e denomina-se por linha da *Infusomat®Space*. Tal como referido acima, a linha é colocada diretamente na bomba peristáltica, sendo ajustada pelo equipamento de forma automática. Na extremidade da linha onde se inicia o escoamento está colocado um filtro, com 15 µm de espessura, com o objetivo de reter qualquer impureza, diminuindo o risco de contaminação do doente.

Esta linha tem um comprimento aproximado de 2500 mm e um diâmetro externo de 3,3 mm. Numa das extremidades da linha, existe um sistema de encaixe *LuerLock*, que permite fazer a ligação com uma agulha, tal como acontecia com a linha de perfusão da seringa perfusora. A outra extremidade da tubagem é ligada a um saco de soro.

4.2.3 Recipiente de Pesagem

Dado que este sistema opera a caudais mais elevados, e uma vez que o recipiente de pesagem utilizado na seringa perfusora tem uma limitação de volume de 6 mL, optou-se neste sistema por um copo de precipitação com capacidade de 150 mL. Esta escolha baseou-se no facto deste recipiente poder conter uma grande capacidade de volume e ter uma massa reduzida, de modo a não exceder a capacidade máxima da balança (220 g).



Figura 4.8 - Copo de precipitação com 150 mL de capacidade

4.2.4 Componentes do Sistema com a Bomba Peristáltica

Na Figura 4.9 apresenta-se ilustrado o sistema com a bomba peristáltica para medição de micro caudais. Os componentes deste sistema são os seguintes:

- Gerador de caudal – *Infusomat®Space*;
- Seringas em polipropileno;
- Linha de perfusão em teflon;
- Recipiente de pesagem – copo de precipitação com 150 mL de capacidade;
- Agulha de injeção;
- Saco de soro;
- Acessórios – filtros ou torneiras;
- Balança – *Mettler Toledo XP 205*;
- *Software* de aquisição de dados – *LabVIEW*;
- Computador de apoio.

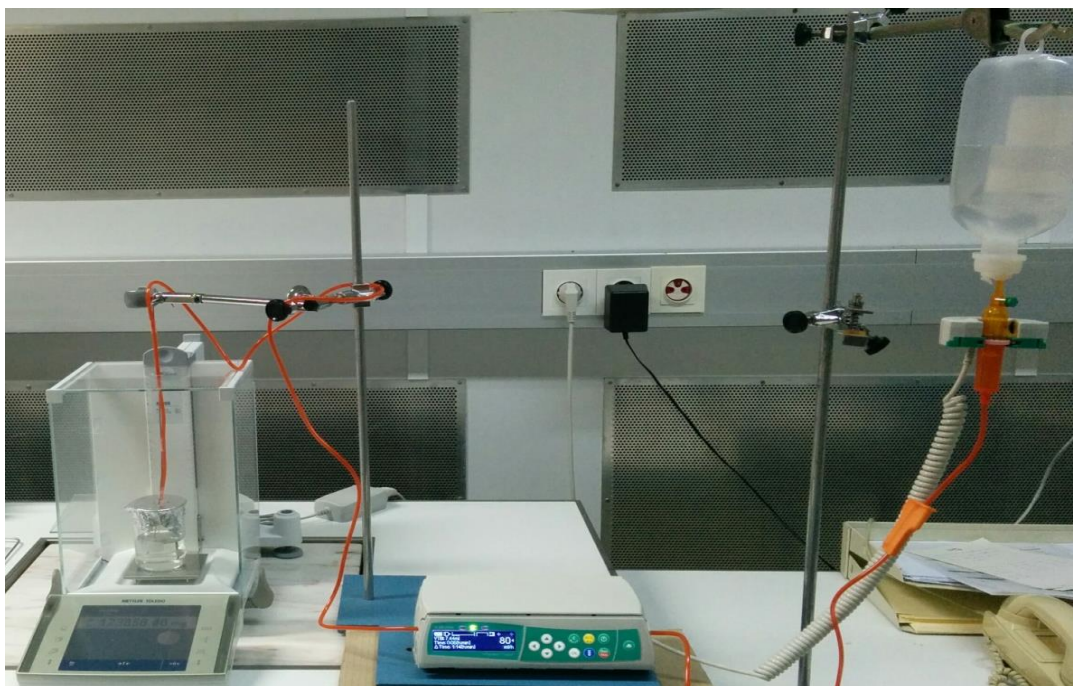


Figura 4.9 - Sistema com a bomba peristáltica

No Anexo III encontra-se uma lista detalhada com todos os componentes deste sistema.

5. Cálculo de Incertezas

Sempre que se efetua uma medição é necessário dar uma indicação relativamente à qualidade do resultado, para que aqueles que o utilizam possam avaliar a sua confiabilidade. Sem essa indicação os resultados de medição não podem ser comparados entre si ou com valores de referência. Com o objetivo de avaliar e expressar a incerteza de medição associada a qualquer medição, foi concebido o GUM – *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement* [23], procedimento que permite a caracterização da qualidade de um resultado numa medição [23].

Este guia estabelece regras gerais para a avaliação e expressão da incerteza na medição, que podem ser seguidas na maioria dos domínios das medições físicas. A base do guia é a recomendação 1 (CI-1981) do Comité Internacional de Pesos e Medidas (CIPM), e a recomendação INC-1 (1980) do grupo de trabalho sobre a declaração de incertezas. Em 1977, o CIPM solicitou ao grupo de trabalho do *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM), de forma a orientar um consenso internacional sobre a expressão da incerteza de medição [23].

O GUM foi elaborado por um grupo de trabalho composto por peritos nomeados pelo BIPM, da Comissão Eletrotécnica Internacional (IEC), da Organização Internacional de Padronização (ISO) e da Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML). Para além destas, participaram ainda na elaboração deste guia a Federação Internacional da Química Clínica (IFCC), a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC) e União Internacional de Física Pura e Aplicada (IUPAP) [23].

Ao mencionar o resultado de uma medição de uma grandeza física, é exigido dar alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, para que quem o utilize possa avaliar a sua confiabilidade. Sem tal indicação os resultados da medição não podem ser comparados entre si ou com os valores de referência dados numa especificação ou padrão. O aparecimento deste guia trouxe um consenso universal sobre a avaliação e expressão da incerteza de medição, permitindo um vasto espectro na medição de resultados em áreas como o comércio, a engenharia e a ciência [23].

Quando se efetuam trabalhos experimentais é previsível que ocorram erros de medição, o que impossibilita obter uma medida de valor igual ao valor real. Existem inúmeras fontes de erro, como erros dependentes do operador que efetua a medição, dos instrumentos utilizados, ou mesmo das condições experimentais. Estes erros podem ser sistemáticos ou aleatórios, sendo os primeiros os que influenciam qualquer uma das medidas no mesmo sentido, seja acima ou abaixo do valor real, como é o caso da má calibração de um aparelho de medição. Erros aleatórios são erros associados à dispersão de medidas em torno do valor real e, uma vez que não são controláveis, podem ser excluídos, podendo ser compensados através de tratamento de dados [24].

Numa medição, o valor medido não é o valor verdadeiro da grandeza mas sim um valor aproximado, uma vez que o valor verdadeiro só seria possível obter no caso de uma medição perfeita,

o que não acontece. À diferença entre o verdadeiro valor da grandeza ou valor de referência (VR) e o valor medido (VM), dá-se o nome de erro, de acordo com a Equação 5.2. A indicação do resultado de uma medição só está completa quando for indicado o valor medido, a incerteza associada a essa medição e as correspondentes unidades [24].

$$\varepsilon = VM - VR$$

Equação 5.2

5.1 Incerteza de Medição

A incerteza de medição é o parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a uma mensuranda (grandeza que se pretende medir) com base nas informações utilizadas. A incerteza é caracterizada pela dispersão de valores, que podem ser atribuídos à grandeza submetida à medição. O valor medido apresenta maior credibilidade científica quanto menor for o valor da incerteza [10].

Para avaliar e exprimir a incerteza de uma medição, geralmente segue-se a metodologia do GUM [23], que enuncia os seguintes passos:

- Expressar em termos matemáticos a dependência da mensurada Y , em relação às grandezas de entrada X_i ;
- Listar todos os componentes de incerteza;
- Avaliar o tipo de incerteza em A ou B;
- Calcular a incerteza-padrão para cada componente de incerteza;
- Calcular os respectivos coeficientes de sensibilidade;
- Avaliar a necessidade de cálculo de covariâncias;
- Calcular a incerteza combinada;
- Calcular o fator de expansão k ;
- Determinar a incerteza expandida.

Normalmente numa calibração trabalha-se apenas com uma mensuranda ou grandeza de saída Y , que depende de um determinado número de grandezas de entrada $X_i (i = 1, 2, \dots, N)$, de acordo com a relação enunciada na Equação 5.3 [25].

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

Equação 5.3

Todas as grandezas de entrada possuem uma incerteza associada e podem ser agrupadas de acordo com o modo como foi determinado o seu valor e a respetiva incerteza. A sua determinação pode acontecer diretamente na medição, como é o caso de avaliações baseadas numa simples

observação, ou na experiência, ou podem ainda ser determinadas através de origens externas à medição, tais como grandezas associadas aos padrões de medição [25].

5.2 Avaliação da Incerteza-Padrão de Estimativas das Grandezas de Entrada

A incerteza de medição associada às estimativas das grandezas de entrada abrange diversas componentes, que são avaliadas segundo dois métodos de avaliação. Algumas componentes podem ser estimadas por uma avaliação de Tipo A da incerteza-padrão, a partir da distribuição estatística dos valores resultantes de séries de medições e podem ser caracterizados por desvios-padrão. Enquanto outras, podem ser estimadas por uma avaliação de Tipo B da incerteza-padrão, sendo também caracterizadas por desvios-padrão estimados a partir de funções de densidade de probabilidade, baseadas na experiência ou noutras informações [10].

5.2.1 Avaliação de Tipo A da Incerteza-Padrão

Este método pressupõe a avaliação de uma componente de incerteza de medição por meio de uma análise estatística dos valores medidos, obtidos nas condições definidas na medição [10].

Este tipo de avaliação pode ser aplicado quando uma determinada grandeza de entrada X_i for medida repetidamente, com um número de observações ($n > 1$) independentes e sob as mesmas condições de medição, obtendo-se a estimativa da grandeza \bar{q} , pela média aritmética das observações $q_j (j = 1, 2, \dots, n)$, através da Equação 5.4 [23].

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad \text{Equação 5.4}$$

A raiz quadrada da variância experimental ($s^2(q)$), é o desvio-padrão experimental $s(q)$, e estima a variância correspondente da distribuição de probabilidades, de acordo com a Equação 5.5, sendo n o número de observações.

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2} \quad \text{Equação 5.5}$$

A incerteza-padrão ($u(x_i)$) da estimativa da grandeza de entrada \bar{q} , é o desvio-padrão experimental da média, de acordo com a seguinte equação:

$$u(x_i) = s(\bar{q}) \quad \text{Equação 5.6}$$

5.2.2 Avaliação de Tipo B da Incerteza-padrão

O método Tipo B de avaliação da incerteza de medição avalia uma componente de incerteza através de outros processos, que não a análise estatística de séries de observações utilizada na avaliação de Tipo A [10].

A incerteza-padrão associada ($u(x_i)$) é avaliada por apreciação científica baseada na informação disponível sobre a variabilidade possível de X_i . Este conjunto de informação pode incluir [23]:

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento e das propriedades de materiais e instrumentos relevantes;
- Especificações de fabricantes;
- Dados provenientes de calibração e outros certificados;
- Incertezas atribuídas a dados de referência obtidos de manuais.

Para diferentes tipos de valores aplicam-se diferentes distribuições de probabilidades, tais como a distribuição normal, distribuição retangular ou distribuição triangular.

Distribuição Normal:

Quando a grandeza X_i é retirada de certificados de calibração, especificações de fabricantes ou de outras incertezas padrão, a incerteza é obtida através da divisão desse valor de incerteza pelo valor do fator de expansão, k . A incerteza-padrão é calculada pela Equação 5.7 [23]:

$$u(x_i) = \frac{\text{incerteza}}{k}$$

Equação 5.7

Um exemplo de uma distribuição normal apresenta-se na Figura 5.1:

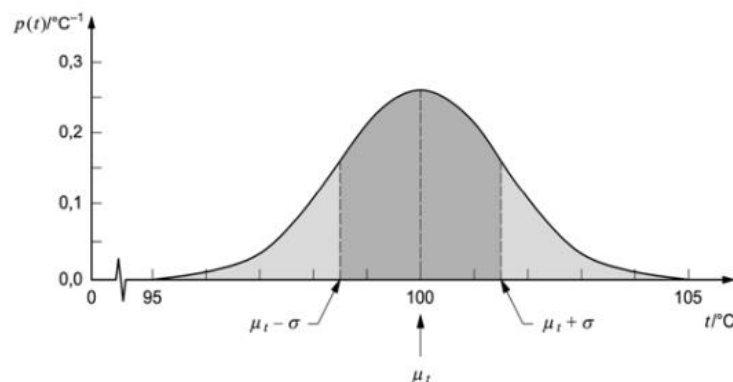


Figura 5.1 - Distribuição Normal [23]

Distribuição Retangular:

Caso não haja conhecimento específico dos valores de X_i , e apenas seja possível estimar os valores dos limites superior e inferior, a_+ e a_- , respectivamente, a incerteza-padrão é obtida pela Equação 5.8. Neste caso estamos perante uma distribuição retangular, apresentada na Figura 5.2 [23].

$$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{\sqrt{12}} \quad \text{Equação 5.8}$$

Se a diferença entre os limites for igual a 2, então a Equação 5.8 modifica-se:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 5.9}$$

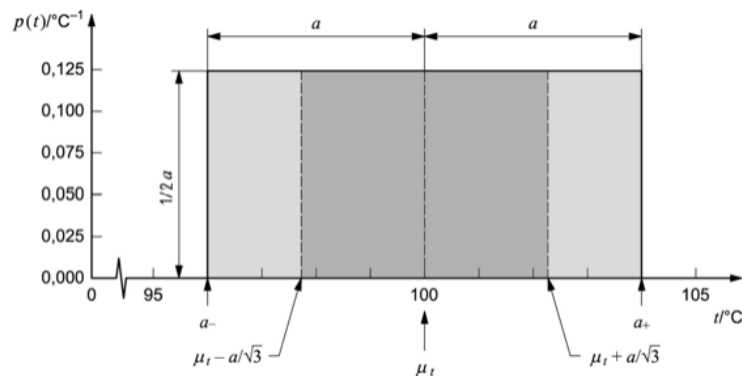


Figura 5.2 - Distribuição retangular [23]

Distribuição Triangular:

Quando conhecido antecipadamente que os valores centrais da grandeza são mais prováveis do que os valores limite, deve ser utilizada uma distribuição triangular como a apresentada na Figura 5.3 [23].

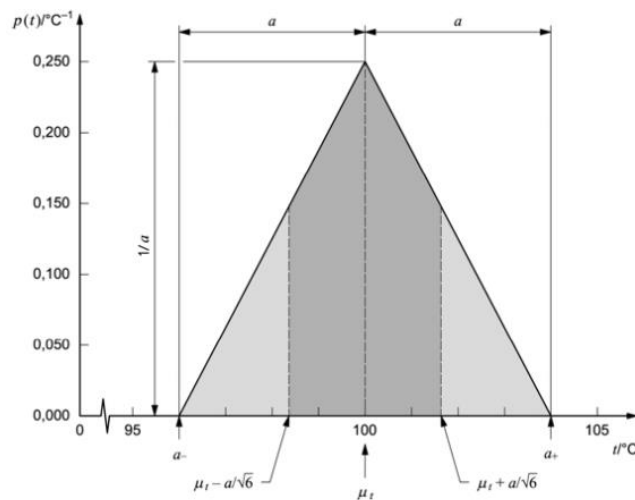


Figura 5.3 - Distribuição triangular [23]

A sua incerteza-padrão vem definida por:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad \text{Equação 5.10}$$

5.3 Incerteza-Padrão da Estimativa da Grandeza de Saída

Quando as grandezas de entrada não se correlacionam entre si, i.e., são independentes entre si, a incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída y , é obtida pela Equação 5.11 [23]:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad \text{Equação 5.11}$$

A grandeza $u_i(y)$, é a contribuição para a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída y , que resulta da incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de entrada x_i :

$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i) \quad \text{Equação 5.12}$$

Onde c_i é o coeficiente de sensibilidade associado à estimativa da grandeza de entrada x_i . O coeficiente de sensibilidade descreve como a estimativa da grandeza de saída y , é influenciada pelas variações de cada uma das grandezas de entrada x_i . Pode ser determinado através da Equação 5.13, derivada parcial da função modelo f em relação a x_i [23].

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{Equação 5.13}$$

Há ainda a hipótese, embora raramente suceda, de as grandezas de entrada se correlacionarem entre si. Neste caso deve-se ter em conta as covariâncias associadas e considerá-las como uma contribuição adicional para a incerteza. Para estes casos considera-se a lei da propagação da incerteza dada pela Equação 5.14:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i, x_j) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(\frac{1}{2} c_{ij}^2 + c_{ij} \right) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad \text{Equação 5.14}$$

Onde $u(x_i, x_j)$, é a covariância estimada associada com x_i e x_j [23].

5.4 Incerteza de Medição Expandida

A incerteza de medição expandida U , é obtida pela Equação 5.15, em que um fator de expansão k é multiplicado pela incerteza padrão $u(y)$ da estimativa da grandeza de saída [23].

$$U = k \cdot u(y) \quad \text{Equação 5.15}$$

Nos casos em que possa ser atribuída à mensuranda uma distribuição normal e a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída seja suficientemente fiável, deve ser usado um fator de expansão igual a 2. Neste caso, estamos num intervalo de confiança de 95 % para a incerteza expandida. No entanto, é possível determinar o fator de expansão adequado através dos seus graus de liberdade efetivos, sendo para tal necessário ter em conta a fiabilidade da incerteza-padrão $u(y)$, da estimativa da grandeza de saída. A determinação dos graus de liberdade efetivos é dada pela fórmula de Welch-Satterthwaite (Equação 5.16) [23]:

$$v_{ef} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad \text{Equação 5.16}$$

Em que o somatório de $u_i(y)$, são as contribuições para a incerteza-padrão da estimativa de saída y , resultantes das incertezas-padrão das estimativas de entrada x_i [25].

Para uma dada incerteza-padrão dos valores de entrada $u(\bar{q})$, obtida por uma avaliação de Tipo A, o número de graus de liberdade efetivos é dado por $v_i = n - 1$. No caso de a avaliação ser de Tipo B, torna-se mais complexo estimar os graus de liberdade. Contudo, se por exemplo são definidos limites a_- e a_+ , habitualmente escolhidos de forma a que a probabilidade da grandeza em questão estar fora destes limites seja extremamente pequena, então os graus de liberdade são assumidos como $v_i \rightarrow \infty$ [25].

É possível obter o fator de expansão k , através da Tabela 5.1. Esta é baseada numa distribuição *t-student* para uma probabilidade expandida de 95,45 %. Se o número obtido pela Equação 5.16 para v_{ef} não for um número inteiro, deve-se optar pelo número inteiro antecedente para v_{ef} [25].

Tabela 5.1 - Relação entre graus de liberdade efetivos e fator de expansão [25]

v_{ef}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2

Quando apresentado o resultado num certificado de calibração, este só está completo quando apresenta a estimativa y da mensuranda e a respetiva incerteza expandida associada U , e deve ser expresso na forma $Y = y \pm U$ [25].

5.5 Determinação da Incerteza na Medição de Caudal

A fim de obter resultados com a maior fiabilidade possível, foi necessário proceder à identificação das fontes de incerteza que influenciam os resultados de uma medição de caudal, trabalho já desenvolvido nas dissertações anteriores. Todos os ensaios realizados, quer com os dois

sistemas padrão, quer com os sistemas hospitalares, foram realizados segundo o método gravimétrico desenvolvido no Capítulo 2.5.

5.5.1 Parâmetros que Influenciam a Medição

No decorrer de um ensaio pelo método gravimétrico, existem alguns parâmetros que influenciam o resultado da medição. As seguintes fontes de incerteza foram tidas em conta, no decorrer das medições em laboratório, com o objetivo de apresentar o resultado mais rigoroso e fiável possível.

i. Pesagem

Este é o parâmetro com maior influência no decorrer de uma calibração pelo método gravimétrico. Os resultados são influenciados por diversos fatores, tais como a resolução e a sensibilidade da balança, a calibração da balança, a classe e massa volúmica dos pesos utilizados na sua calibração [26].

ii. Massa volúmica do fluido

Através da massa volúmica do líquido, a massa pode ser convertida em volume. O valor da massa volúmica pode ser obtido através da literatura [27] ou determinado por densímetros [26].

iii. Temperatura do fluido

Este parâmetro está diretamente ligado com o parâmetro anterior, uma vez que a temperatura influencia a massa volúmica e, por isso, deve ser medida de forma criteriosa [26].

iv. Condições ambientais

Estas têm uma influência direta na determinação da massa volúmica do ar e influenciam também a evaporação [26].

v. Características do instrumento de medição

As dimensões e propriedades como o coeficiente de expansão do instrumento a calibrar devem ser consideradas [26].

vi. Tempo

Uma vez que para determinar o caudal é necessário saber a variação de volume por unidade de tempo, então também é necessário referir o tempo como fonte de incerteza [26].

vii. Evaporação

No caso de se efetuar uma calibração pelo método gravimétrico de uma micropipeta ou de um balão volumétrico não é necessário ter em conta a evaporação, uma vez que o seu efeito não é significativo. No entanto, para micro caudais os ensaios são de carácter dinâmico, o que significa que decorrem durante um intervalo de tempo. Isto potencia que o líquido presente num recipiente de

pesagem evapore com o passar do tempo. Deste modo é necessário considerar a evaporação como mais uma fonte de incerteza.

viii. Impulsão

No decorrer de todos os ensaios a tubagem encontra-se imersa, originando uma força de impulsão e como tal deve ser tida em conta, dado a sua influência nos resultados.

5.5.2 Modelo de Cálculo de Caudal

O modelo de cálculo que permite a determinação de caudal volúmico nos ensaios realizados com os diversos sistemas é apresentado na Equação 5.17. Esta equação relaciona a quantidade de fluido que atravessa uma determinada área por unidade de tempo. Este modelo tem como base a Equação 2.1, referente à determinação de volume [28].

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[\left((I_L - I_E) - (\delta m_{imp}) \right) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T_0 - 20)] \right] + \delta_{evap} \quad \text{Equação 5.17}$$

Em que:

$$\delta m_{imp} = \left((I_L - I_E) \times \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right) \quad \text{Equação 5.18}$$

Na Tabela 5.2, são descritas as grandezas da Equação 5.17, assim como as respetivas unidades.

Tabela 5.2 - Descrição e unidades das grandezas presentes na Equação 5.17

Grandeza	Descrição e unidades da grandeza	Unidades
Q	Caudal volúmico	mL/s
t_f	Tempo final	s
t_i	Tempo inicial	s
I_L	Resultado da pesagem final	g
I_E	Resultado da pesagem inicial	g
δm_{imp}	Correção de massa associada à impulsão	g
ρ_w	Massa volúmica do líquido de calibração	g/mL
ρ_A	Massa volúmica do ar	g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança	g/mL
γ	Coefficiente de expansão térmica do material que constitui a tubagem	/°C
T_0	Temperatura da água utilizada	°C
δ_{evap}	Correção de caudal associada à evaporação	mL
D_{tubo}	Diâmetro do tubo imerso no líquido de calibração	cm
D_{tanque}	Diâmetro do recipiente de pesagem	cm

A massa volúmica da água e do ar são obtidas pela fórmula de Tanaka e pela fórmula de Spieweck respetivamente, apresentadas no Anexo IV.

As fontes de incerteza associadas à calibração de instrumentos doseadores de líquidos são apresentadas na Tabela 5.3, onde também é referida o tipo de avaliação e distribuição de cada componente.

Tabela 5.3 - Componentes de incerteza [28]

Fonte de incerteza	Incerteza-padrão	Tipo de avaliação	Distribuição
Massa inicial	$u(I_E)$	B	Normal
Massa final	$u(I_L)$	B	Normal
Impulsão	$u(\delta m_{imp})$	B	Normal
Massa volúmica da água	$u(\rho_w)$	B	Retangular
Massa volúmica do ar	$u(\rho_A)$	B	Retangular
Massa volúmica das massas	$u(\rho_B)$	B	Retangular
Temperatura	$u(T)$	B	Normal
Coefficiente de expansão térmica	$u(\gamma)$	B	Retangular
Evaporação	$u(\delta_{evap})$	A	Normal
Tempo inicial	$u(t_i)$	B	Retangular
Tempo final	$u(t_f)$	B	Retangular
Repetibilidade	$u(\delta_{rep})$	A	Normal

5.5.3 Coeficientes de Sensibilidade

A cada grandeza representada na Equação 5.17, corresponde um coeficiente de sensibilidade. Com o objetivo de facilitar o cálculo dos coeficientes, a Equação 5.17 foi simplificada na Equação 5.19, abaixo apresentada.

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} [m \times A \times B \times C] + \delta_{evap} \quad \text{Equação 5.19}$$

$$\text{Considerando} \begin{cases} m = (I_L - I_E) \times \left(1 - \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}}\right)^2\right) \\ A = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \\ B = \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \\ C = [1 - \gamma(T_0 - 20)] \end{cases}$$

A lista de equações que se segue, diz respeito ao coeficiente de sensibilidade para cada componente de incerteza [29].

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial I_E}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C \times \left(1 - \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}}\right)^2\right) \quad \text{Equação 5.20}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial I_L}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C \times \left(1 - \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}}\right)^2\right) \quad \text{Equação 5.21}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial m_{imp}}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C \quad \text{Equação 5.22}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_w}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times B \times C \times \frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2} \quad \text{Equação 5.23}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times m \times C \times \left[\frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) - \left(\frac{1}{\rho_B} \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A}\right)\right] \quad \text{Equação 5.24}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \quad \text{Equação 5.25}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial T_0}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times B \times \gamma \quad \text{Equação 5.26}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \gamma}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times B \times (T_0 - 20) \quad \text{Equação 5.27}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{evap}}\right) = 1 \quad \text{Equação 5.28}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t_i}\right) = \frac{(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)^2} \quad \text{Equação 5.29}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t_f}\right) = -\frac{(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)^2} \quad \text{Equação 5.30}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial rep}\right) = 1 \quad \text{Equação 5.31}$$

5.5.4 Incertezas Padrão

As incertezas e equações apresentadas de seguida, são baseadas nas referências [28] e [29].

i. Incerteza associada à massa inicial

$$u(I_E) = \left[\left(\frac{u(bal)}{2}\right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}}\right)^2 \right]^{1/2} \quad [\text{g}] \quad \text{Equação 5.32}$$

Em que $u(bal)$ corresponde à incerteza da balança e R_{bal} à resolução da mesma.

ii. Incerteza associada à massa final

$$u(I_L) = \left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad \text{Equação 5.33}$$

iii. Incerteza associada à impulsão

A incerteza-padrão associada à impulsão é determinada com base na Equação 5.18, sendo os coeficientes de sensibilidade para a impulsão as seguintes equações:

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tubo}} = -(I_L - I_E) \times \left(2 \times \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right) \quad \text{Equação 5.34}$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tanque}} = -(I_L - I_E) \times \left(- \times \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^3} \right) \quad \text{Equação 5.35}$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_L} = 1 - \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \quad \text{Equação 5.36}$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_E} = -1 + \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \quad \text{Equação 5.37}$$

A Equação 5.38 diz respeito à incerteza-padrão associada à impulsão.

$$u(\delta m_{imp}) = \left(u^2(D_{tubo}) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tubo}} \right)^2 + u^2(D_{tanque}) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tanque}} \right)^2 \right)^{1/2} + \left(u^2(I_L) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_L} \right)^2 + u^2(I_E) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_E} \right)^2 \right)^{1/2} \quad \text{Equação 5.38}$$

A Equação 5.38 pode ser simplificada através das equações apresentadas abaixo, uma vez que já são conhecidas as incertezas associadas à massa inicial e final, e que a incerteza associada aos diâmetros do tanque e do tubo depende exclusivamente da incerteza do paquímetro.

$$u(D_{tubo}) = U_{Paquímetro} / 2 \text{ [cm]} \quad \text{Equação 5.39}$$

$$u(D_{tanque}) = U_{Paquímetro} / 2 \text{ [cm]} \quad \text{Equação 5.40}$$

$$u(I_E) = \left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad \text{Equação 5.41}$$

$$u(I_L) = \left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad \text{Equação 5.42}$$

Substituindo na Equação 5.38, as variáveis deduzidas nas equações anteriores, vem:

$$u(\delta m_{imp}) = \left[(I_L - I_E)^2 \times \left(\left(U_{Paquímetro}/2 \right)^2 \times \left(2 \times \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 - \left(U_{Paquímetro}/2 \right)^2 \times \left(2 \times \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^3} \right)^2 \right) \right]^{1/2} \\ + \left[\left(\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right)^{1/2} \right]^2 \times \left(\left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right)^2 \\ - \left[\left(\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right)^{1/2} \right]^2 \times \left(\left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right)^2 \right]^{1/2} \quad \text{Equação 5.43}$$

Por último, simplificando a Equação 5.43, obtém-se a Equação 5.44 para a incerteza-padrão associada à impulsão.

$$u(\delta m_{imp}) = \left((I_L - I_E) \times (U_{Paquímetro}) \times \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right) \times \left[1 - \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^2} \right]^{1/2} \right) \quad \text{Equação 5.44}$$

iv. Incerteza associada à massa volúmica da água

$$u(\rho_w) = \frac{(\rho_w(T + u_{term}) - \rho_w(T - u_{term}))/2}{\sqrt{3}} \text{ [g/mL]} \quad \text{Equação 5.45}$$

Onde u_{term} é a incerteza do termómetro.

v. Incerteza associada à massa volúmica do ar

$$u(\rho_A) = \frac{0.0000005}{\sqrt{3}} \text{ [g/mL]} \quad \text{Equação 5.46}$$

Nota: O valor indicado só poderá ser utilizado se o laboratório estiver a determinadas condições de temperatura, humidade e pressão [30], i.e., pressão atmosférica entre 940 hPa e 1080 hPa, temperatura de 18 °C a 30 °C e humidade inferior a 85% [29].

vi. Incerteza associada à massa volúmica das massas

$$u(\rho_B) = \frac{u(\rho_{mbal})}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 5.47}$$

Em que $u(\rho_{mbal})$ corresponde à incerteza da massa volúmica das massas de ajuste da balança referidas no certificado de calibração das massas ou na OIML R111 [31].

vii. Incerteza associada à temperatura

$$u(T) = \left[\left(\frac{u(term)}{2} \right)^2 + \left(\frac{\delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [^\circ\text{C}] \quad \text{Equação 5.48}$$

Onde $u(term)$ representa a incerteza do termómetro; δT corresponde a um possível *drift* após a calibração; ΔT diz respeito à diferença de temperatura inicial e final da água no ensaio.

viii. Incerteza associada ao coeficiente de expansão térmica cúbico do material

$$u(\gamma) = \frac{5\% \cdot \gamma}{\sqrt{3}} [^\circ\text{C}^{-1}] \quad \text{Equação 5.49}$$

Em que γ é o coeficiente de expansão térmica cúbico do material de que é feito a seringa em $^\circ\text{C}^{-1}$.

ix. Incerteza associada à evaporação

$$u(evap) = \frac{s(evap)}{\sqrt{n}} [\text{mL/h}] \quad \text{Equação 5.50}$$

Onde $s(evap)$ é o desvio padrão da média de uma série de resultados e n corresponde ao número de ensaios realizados.

x. Incerteza associada ao tempo

$$u(t) = \frac{1,00 \times 10^{-3}}{\sqrt{3}} [\text{s}] \quad \text{Equação 5.51}$$

Uma vez que a medição do tempo é determinada através do relógio interno de um computador, assumiu-se uma incerteza de 1 μs .

xi. Incerteza associada à repetibilidade

$$u(rep) = \frac{s(V_0)}{\sqrt{n}} [\text{mL}] \quad \text{Equação 5.52}$$

Tal como na determinação à incerteza associada à evaporação, n diz respeito ao número de ensaios e $s(V_0)$ é o desvio padrão da média de uma série de resultados.

5.5.5 Incerteza Combinada

Quando Y é uma função de diversas variáveis, em que $Y = f(p, q, \dots)$, a expressão geral para o cálculo das incertezas combinadas é a seguinte:

$$u_y = \left[\left(\frac{\partial y}{\partial p} \right)^2 \times u_p^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial q} \right)^2 \times u_q^2 + \dots \right]^{1/2} \quad \text{Equação 5.53}$$

A Equação 5.54, permite o cálculo da incerteza combinada na calibração de material volumétrico.

$$u(Q) = \left[\begin{aligned} & \left(\frac{\partial Q}{\partial I_L} \right)^2 u^2(I_L) + \left(\frac{\partial Q}{\partial I_E} \right)^2 u^2(I_E) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta m_{imp}} \right)^2 u^2(\delta m_{imp}) \\ & + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_W} \right)^2 u^2(\rho_W) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A} \right)^2 u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B} \right)^2 u^2(\rho_B) \\ & + \left(\frac{\partial Q}{\partial \gamma} \right)^2 u^2(\gamma) + \left(\frac{\partial Q}{\partial T} \right)^2 u^2(T) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{evap}} \right)^2 u^2(\delta_{evap}) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_f} \right)^2 u^2(t) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_i} \right)^2 u^2(t) + u(rep)^2 \end{aligned} \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{Equação 5.54}$$

A definição e as equações apresentadas relativamente à incerteza combinada, são baseadas na referência [29].

5.5.6 Incerteza Expandida

A incerteza expandida só pode ser determinada após o cálculo da incerteza combinada uma vez que depende diretamente desta. Assim a incerteza expandida pode ser obtida pela multiplicação da incerteza combinada com o fator de expansão k , Equação 5.55.

$$U(Q) = u(Q) \times k \quad \text{Equação 5.55}$$

A determinação do fator de expansão é realizada de acordo com o descrito no Subcapítulo 5.4.

A definição e a equação apresentada relativamente à incerteza expandida, é baseada na referência [29].

5.6 Determinação da Incerteza na Calibração de Balanças

5.6.1 Incerteza-Padrão

A incerteza-padrão para os diferentes componentes é determinada pelas seguintes equações [36]:

$$u(bal) = \frac{R/2}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 5.56}$$

$$u(rep) = \frac{s(m)}{\sqrt{n}} \quad \text{Equação 5.57}$$

$$u(mass) = \sqrt{\left(\frac{u_{massa}}{2}\right)^2 + \left(\frac{d_{massa}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad \text{Equação 5.58}$$

$$u(exc) = m \times \frac{\Delta I_{e\ max}}{2 \times m_{max} \times \sqrt{3}} \quad \text{Equação 5.59}$$

$$u(imp\ ar) = \frac{\delta m}{4 \times \sqrt{3}} \quad \text{Equação 5.60}$$

Em que:

- $u(bal)$ – Incerteza padrão associada à balança;
- R – Resolução da balança;
- $u(rep)$ – Incerteza padrão associada à repetibilidade;
- $s(m)$ – Desvio padrão da massa colocada na balança;
- n – Número de ensaios;
- $u(mass)$ – Incerteza padrão associada às massas utilizadas;
- u_{massa} – Incerteza resultante do certificado de calibração da massa;
- d_{massa} – *Drift* da massa utilizada;
- $u(exc)$ – Incerteza padrão associada à excentricidade;
- m – Massa do ensaio;
- $\Delta I_{e\ max}$ – Diferença máxima entre os ensaios de excentricidade;
- m_{max} – Massa igual ou superior a um terço do alcance máximo da balança;
- $u(imp\ ar)$ – Incerteza padrão associada à impulsão do ar;
- δm – Erro máximo admissível das massas padrão.

5.6.2 Incerteza Combinada

A incerteza combinada é determinada pela Equação 5.61 [36].

$$u_{comb} = \sqrt{u(bal)^2 + u(rep)^2 + u(mass)^2 + u(exc)^2 + u(imp\ ar)^2} \quad \text{Equação 5.61}$$

5.6.3 Incerteza Expandida

A incerteza expandida é determinada de forma análoga à medição de caudal, de acordo com a Equação 5.62 [36].

$$U_{exp} = k \times u_{comb} \quad \text{Equação 5.62}$$

6. Procedimento Experimental

O objetivo central da presente dissertação é a elaboração de um procedimento de calibração para sistemas doseadores de fluidos. Neste capítulo são descritos os procedimentos experimentais utilizados na calibração de material volumétrico, ainda na fase inicial de formação do estágio, no estudo efetuado à evaporação de caudal, na calibração dos instrumentos doseadores de fluidos e por fim na calibração de balanças.

Um procedimento experimental de calibração tem como principal objetivo estabelecer técnicas rigorosas para a execução de determinada tarefa. De uma forma geral, um procedimento deve conter os seguintes tópicos:

- Padrões de trabalho utilizados;
- Modo operatório, onde são descritas as ações a realizar previamente a uma calibração;
- Lista detalhada de passos a seguir para efetuar a calibração;
- Forma de análise e tratamento de dados.

No Subcapítulo 2.7 encontram-se algumas definições relevantes para a compreensão dos procedimentos de calibração, nomeadamente os termos caudal mássico, caudal volúmico, coeficiente de expansão térmica cúbico do material, gravimetria, material “In”, material “Ex”, massa volúmica, rastreabilidade, entre outros.

6.1 Rastreabilidade

Na Figura 6.1 apresenta-se a cadeia de rastreabilidade seguida numa calibração em volume, em que os padrões de trabalho estão no topo da cadeia.

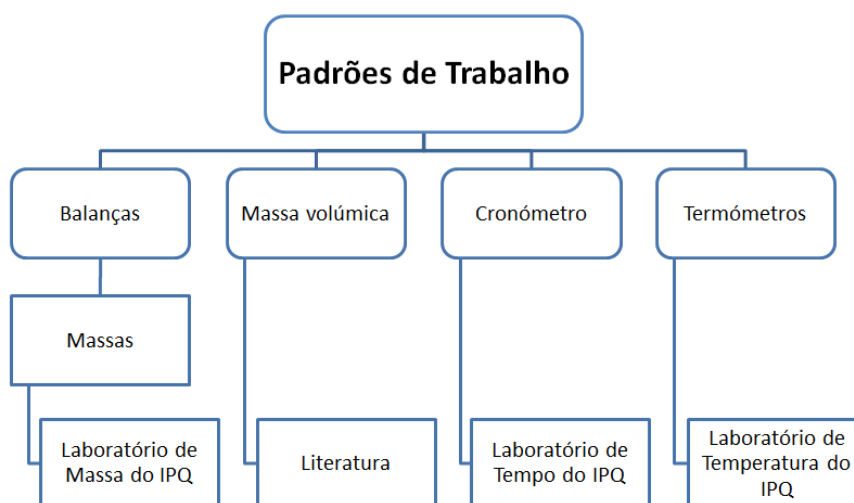


Figura 6.1 - Cadeia de rastreabilidade seguida numa calibração em volume [32]

6.2 Calibração de Material Volumétrico pelo Método Gravimétrico

Neste capítulo é descrito o procedimento de calibração para os diversos instrumentos volumétricos calibrados na fase inicial de formação do estágio. Todos os instrumentos foram calibrados seguindo o procedimento técnico “Calibração de material volumétrico por gravimetria” [32]. Para efetuar a calibração destes instrumentos é tido em conta o modelo estático, que considera a variação de volume entre pesagens.

6.2.1 Padrões de Trabalho

i. Balança [32]

A balança utilizada tem de ter o alcance, incerteza e a resolução adequada ao intervalo de medição e deve estar devidamente calibrada (Subcapítulo 6.5).

ii. Barómetro [32]

Utilizado para a medição da pressão atmosférica, este deve estar devidamente calibrado, possuir uma resolução inferior ou igual a 1 hPa e uma incerteza inferior ou igual a 2 hPa.

iii. Cronómetro [32]

O cronómetro utilizado deve ter uma resolução igual ou inferior a 1 s.

iv. Líquido de calibração [32]

Existe a possibilidade de utilizar diversos líquidos de calibração, sendo que no LVO o líquido utilizado para efetuar as calibrações é a água. Esta deve estar à temperatura ambiente e ter uma pureza adequada, devendo ser destilada e apresentar uma condutividade elétrica inferior a 5,0 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

v. Hidrómetro [32]

Este equipamento é utilizado para a medição da humidade do ar. Deve estar devidamente calibrado, possuir uma resolução igual ou inferior a 1 % e incerteza igual ou inferior 5%.

vi. Recipiente de pesagem [32]

Deve ter uma capacidade adequada à quantidade de líquido a pesar. Este equipamento apenas é utilizado em instrumentos marcados para escoar.

vii. Termómetros [32]

Os termómetros utilizados para medir a temperatura da água e do ar, devem ter o alcance adequado ao intervalo de medição. Devem possuir uma resolução igual ou inferior 0,1 °C, uma incerteza igual ou inferior a 0,1 °C e estar devidamente calibrados.

6.2.2 Condições de Referência

Durante a calibração de um instrumento, as condições ambientais devem ser as seguintes [32]:

- Humidade relativa entre os 30% e 85%;
- Temperatura ambiente em laboratório entre 17 °C e 23 °C;
- Pressão atmosférica entre 920 hPa e 1080 hPa;
- A temperatura da água deve estar à temperatura ambiente e a sua variação no decorrer de um ensaio não deve ser superior a 0,5 °C.

Nota: Para instrumentos com capacidade inferior a 10 mL, a humidade deve ser superior a 50 %.

Estabilização da temperatura [32]:

Outro fator muito importante a ter em conta é a estabilização da temperatura, dado que é necessário que a água contida no instrumento a calibrar esteja à mesma temperatura que esse instrumento.

Para garantir a estabilização, é necessário que o instrumento a calibrar, bem como a água que se vai utilizar na sua calibração, sejam colocados numa sala de pesagem com uma temperatura controlada a (20 ± 3) °C, 12 horas antes da realização dessa calibração, para que o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente seja atingido.

A medição da temperatura do líquido de calibração deve ser realizada de forma criteriosa, utilizando os termómetros adequados, de forma a garantir a exatidão das calibrações realizadas.

6.2.3 Modo Operatório

i. Limpeza [32]

Previamente a uma calibração deve-se proceder à limpeza dos recipientes de pesagem e dos instrumentos a calibrar. A limpeza dos recipientes deve ser realizada utilizando um detergente, seguida da aplicação de álcool, acetona e por fim deve fazer-se o enxaguamento abundante com água. Caso seja necessário efetuar a calibração após a limpeza, o instrumento deve ser devidamente seco com recurso a ar comprimido ou então deixado secar ao ar.

Uma incorreta limpeza ou a existência de sujidade num instrumento originam erros de leitura consideráveis. A limpeza deve ser efetuada no início de uma calibração, mas nunca a meio da mesma.

ii. Ajuste do menisco [32]

Um ajuste bem feito e uma leitura correta do menisco são fatores cruciais para garantir a exatidão nos resultados das calibrações. O ajuste do menisco deve ser realizado de acordo com a Figura 6.2, de modo a que o seu ponto inferior fique horizontalmente tangente ao plano superior da

linha de referência ou traço de graduação. Para uma leitura ainda mais precisa, é possível ao operador utilizar um mini-microscópio.

É necessário que a iluminação, a cor e a textura da parede por trás do instrumento sejam as adequadas para uma melhor leitura. O campo de visão do operador deve estar à mesma altura que o traço de referência.

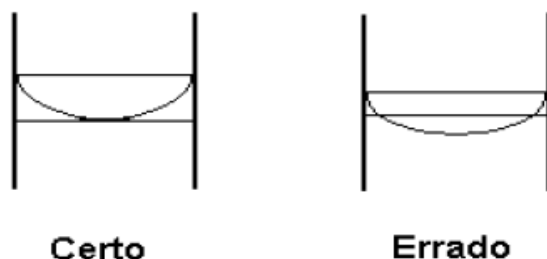


Figura 6.2 - Leitura correta e incorreta do menisco [8]

iii. Manuseamento do equipamento [32]

O operador deve calçar luvas de algodão limpas, manusear o equipamento o mínimo tempo possível e sempre acima do traço de referência do instrumento. Estas três ações diminuem o risco de qualquer tipo de contaminação ou variação da temperatura, o que influenciaria os resultados obtidos.

iv. Pesagem [32]

A etapa crucial na calibração de instrumentos volumétricos por gravimetria é a pesagem, sendo por isso também a etapa que exige maior rigor. De forma a obter uma medição com maior exatidão, devem ser considerados alguns fatores, sendo os mais importantes:

- A balança deve estar numa bancada anti-vibratória e nivelada;
- A balança deve estar calibrada;
- Colocar as massas para calibração e o recipiente de recolha de líquido no centro do prato de pesagem;
- Evitar colocar as mãos no interior da balança e, se necessário, fazê-lo o menos possível.

O método gravimétrico considera duas pesagens do instrumento, uma com instrumento vazio e seco (Figura 6.3 à esquerda) e outra com instrumento cheio até ao seu traço de referência (Figura 6.3 à direita). A massa de líquido contida no recipiente é obtida pela diferença entre as pesagens, sendo posteriormente convertida em volume de acordo com a Equação 2.1 da norma NP EN ISO 4787 (2011) [9]. São realizados 10 ensaios consecutivos, de forma a que as condições de referência se mantenham similares ao longo da calibração. O valor médio da massa de líquido é obtido pela média aritmética dos valores dos 10 ensaios realizados.

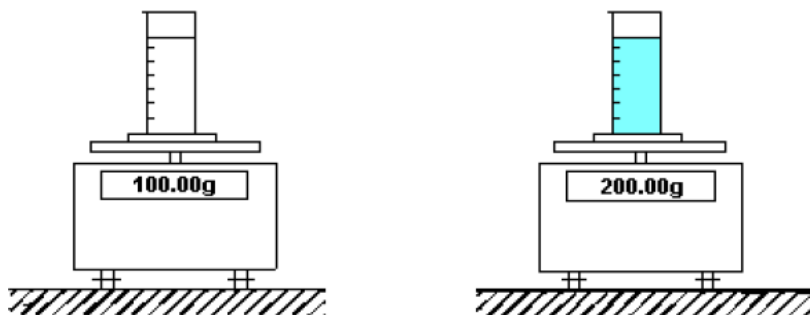


Figura 6.3 - Representação de uma pesagem pelo método gravimétrico do recipiente a seco (esquerda) e cheio (direita) [8]

6.2.4 Procedimento experimental

i. Balão volumétrico (material “In”) [32]

Na Figura 6.4 é apresentado um exemplo de um balão volumétrico e o procedimento para a sua calibração está descrito abaixo da imagem.



Figura 6.4 - Balão volumétrico

1. Pesar o balão perfeitamente limpo, devidamente seco e vazio (caso tenha tampa deve ser pesado com a tampa);
2. Colocar o balão numa superfície plana e horizontal e enchê-lo com água, até ligeiramente abaixo do traço de referência;
3. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar na sala, para obter a densidade do ar;
4. Medir a temperatura da água, registá-la e ajustar convenientemente o menisco;
5. Verificar que não existem gotas de água aderentes às paredes exteriores do balão ou às paredes internas acima do traço de referência e caso haja limpar as mesmas;
6. Pesar o balão cheio e registar o valor da massa;

7. Retirar a quantidade de água suficiente para que o menisco fique ligeiramente abaixo do traço de referência;
8. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 4 a 7.

ii. Proveta (material “In”) [32]

O procedimento para efetuar a calibração de uma proveta encontra-se abaixo da Figura 6.5.



Figura 6.5 - Proveta

1. Pesar a proveta perfeitamente limpa e devidamente seca e vazia;
2. Colocar a proveta numa superfície plana e horizontal e enchê-la com água, até ligeiramente abaixo do traço de referência;
3. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório, para se obter a densidade do ar;
4. Medir a temperatura da água, registá-la e ajustar convenientemente o menisco;
5. Verificar que não existem gotas de água aderentes às paredes exteriores da proveta ou às paredes internas acima do traço de referência e caso haja proceder à sua limpeza;
6. Pesar a proveta cheia e registar o valor da massa;
7. Retirar a quantidade de água suficiente para que o menisco fique ligeiramente abaixo do traço de referência;
8. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 4 a 7.

iii. Picnómetro (material “In”) [32]

Na Figura 6.6 é apresentado um exemplo de um picnómetro e o procedimento para a sua calibração está descrito abaixo da imagem.



Figura 6.6 - Picnómetro

1. Pesar o picnómetro (incluindo a tampa, rolha ou cabeça), perfeitamente limpo, seco e vazio;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para se obter a densidade do ar;
3. Colocar o picnómetro numa superfície plana e horizontal e enchê-lo até ao topo;
4. Medir a temperatura da água e registá-la;
5. Colocar corretamente a tampa, não aplicando movimentos de rotação ou pressão elevada e assegurando-se que não ficam aprisionadas quaisquer bolhas de ar;
6. Verificar se a tampa está devidamente colocada. Caso esteja, o excesso de água irá transbordar através do orifício da tampa e não pela parede lateral;
7. Manusear o picnómetro o mínimo de tempo possível para evitar qualquer sobreaquecimento que aumente a quantidade de líquido que transborda através do orifício;
8. Remover o excesso de água que transborde através do orifício da tampa, limpando-a com papel absorvente, (tendo o cuidado de evitar que a água suba por capilaridade do interior do picnómetro e seja absorvida pelo papel), deixando o picnómetro cheio exatamente até ao topo do orifício;
9. Pesar o picnómetro com a água e registrar o valor da massa (o picnómetro deve ser pesado o mais rápido possível, para evitar perdas por evaporação);
10. Retirar a tampa e remover uma pequena parte da água;
11. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 3 a 10.

iv. Pipeta graduada/volumétrica de escoamento total (material “Ex”) [32]

Na Figura 6.7 é apresentado um exemplo de uma pipeta graduada e de uma pipeta volumétrica com o procedimento abaixo descrito.



Figura 6.7 - Pipeta volumétrica (esq.) e pipeta graduada (dir.) [8]

1. Pesar o recipiente de pesagem (incluindo a tampa), perfeitamente limpo, vazio e seco;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para se obter a densidade do ar;
3. Colocar a água com que se vai calibrar o instrumento num recipiente apropriado e registar a temperatura da mesma;
4. Mantendo a pipeta numa posição vertical, mergulhá-la na água e enchê-la por aspiração (utilizando uma pompete⁵) até ligeiramente acima do traço de referência (ou do traço correspondente ao volume que se deseja calibrar);
5. Remover quaisquer gotas aderentes ao exterior da pipeta, limpando-a num movimento descendente com papel absorvente e ajustar o menisco;
6. Eliminar qualquer gota em excesso da extremidade da pipeta, encostando-a à parede dum recipiente;
7. Assegurar que não existem gotas de água aderentes ao exterior da pipeta ou às paredes internas acima do menisco e que não há bolhas ou espuma na água;

⁵ Utensílio geralmente de borracha, colocado na parte superior de uma pipeta que permite o encher ou esvaziar pipetas por sucção de ar.

8. Deixar escorrer a água livremente para o recipiente de pesagem, mantendo a pipeta na vertical, com a extremidade encostada à parede interna do recipiente num ângulo de 30° , sem a deixar escorregar;
9. Quando terminar o escoamento visível (o menisco deve permanecer imóvel ligeiramente acima da extremidade), manter a pipeta na mesma posição durante 3 segundos ou o tempo de espera indicado na própria;
10. Terminado o escoamento, deslocar a pipeta na horizontal, quebrando o contacto com o recipiente;
11. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor de massa;
12. Efetuar todos os passos anteriores nos 9 ensaios seguintes.

v. Bureta digital (material “Ex”) [8]

A Figura 6.8 representa um exemplo de uma bureta digital. O seu procedimento de calibração encontra-se descrito abaixo da imagem.



Figura 6.8 - Bureta digital [33]

1. Pesar o recipiente de pesagem, perfeitamente limpo, seco e vazio;
2. Registar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para se obter a densidade do ar;
3. Num recipiente apropriado, que deverá vir juntamente com a bureta, colocar a água com que se vai proceder à calibração e com recurso a um termómetro ler a temperatura e registá-la;
4. Colocar a bureta na posição vertical acima do recipiente de forma ao tubo de enchimento externo fique mergulhado pelo menos $2/3$ na água;

5. Ligar a bureta, colocar a bureta na posição de enchimento e enchê-la com água utilizando as rodas laterais, que fazem um parafuso sem fim funcionar. Colocar todo o sistema cheio de água de modo a evitar a formação de bolhas;
6. Quando a bureta atinge o seu máximo, colocar a bureta na posição de titulação. Antes de se iniciar o débito deve desprezar-se o número de gotas indicadas no manual do instrumento; caso nada seja referido deve-se desprezar as primeiras 5 gotas;
7. Iniciar o débito e vaziar a água para o recipiente de pesagem utilizando as mesmas rodas laterais até ao volume de calibração pretendido, que é indicado no visor digital (deve ser utilizada a velocidade de débito indicada no manual do instrumento, e no caso de não existir essa informação deve-se dosear o volume de teste em 30 s);
8. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa.

vi. Seringa (material “Ex”) [34]

Na Figura 6.9 é apresentado um exemplo de uma seringa com o procedimento abaixo descrito.

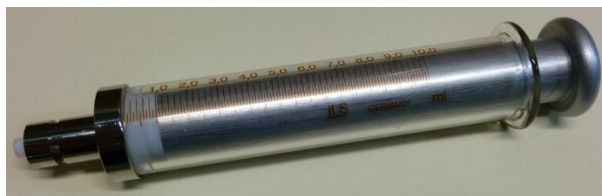


Figura 6.9 - Seringa

1. A seringa a calibrar deve estar completamente limpa, e em perfeitas condições de funcionamento;
2. Colocar uma pequena quantidade de água (aproximadamente 3 mm de altura) no recipiente de pesagem e pesá-lo (esta é a pesagem inicial);
3. Num recipiente apropriado colocar a água com que se vai realizar a calibração e por intermédio de um termómetro ler a sua temperatura e registá-la;
4. Mergulhar a seringa na água na posição vertical e enchê-la por aspiração de forma a molhar a seringa até à sua linha de referência;
5. Escoar toda a água contida na seringa;
6. Mergulhar novamente a seringa na água e enchê-la por aspiração até ligeiramente acima da sua linha de referência ou traço de graduação;
7. Retirar eventuais bolhas de ar presentes no interior da seringa;
8. Acertar a extremidade do êmbolo da seringa com a marca do volume a calibrar;

9. Escoar toda a água contida no seu interior para o recipiente de pesagem (caso a seringa seja diferencial o seu escoamento deverá findar no traço de referência final), tocando com a ponta da seringa na parede interior do recipiente de pesagem com ângulo entre 30 ° a 45 °;
10. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa final.

6.3 Calibração de Instrumentos Doseadores de Fluidos

Neste capítulo são descritos os padrões de trabalho, condições de referência, modo operativo e procedimento de calibração para instrumentos doseadores de fluidos. Uma vez que o padrão para medição de micro caudais encontra-se completamente desenvolvido e funcional, foi concebido um procedimento experimental para a *Nexus 3000* (gerador de caudal do sistema padrão), outro para seringas perfusoras e outro para bombas peristálticas. Estes estão inseridos no mesmo procedimento, “Calibração em caudal de instrumentos doseadores de fluidos pelo método gravimétrico” [28], uma vez que todos os instrumentos são doseadores de fluidos e ambos os sistemas partilham os padrões de trabalho e condições de referência.

Tal como o nome do procedimento indica, os instrumentos doseadores de fluidos são calibrados pelo método gravimétrico, tal como acontecia com os instrumentos volumétricos. A grande distinção entre as duas calibrações prende-se com o facto de, para calibrar os sistemas doseadores de fluidos, ser utilizado o método dinâmico, que consiste na variação de volume contido num recipiente de pesagem ao longo do tempo.

6.3.1 Padrões de Trabalho

Os equipamentos necessários para proceder à calibração de instrumentos doseadores de fluidos são similares aos requeridos na calibração de instrumentos volumétricos. Os padrões de trabalho apresentam-se na lista abaixo, sendo só desenvolvidos os que se diferenciam dos anteriores.

i. Balanças [28]

Tal como referido anteriormente, a balança escolhida deve apresentar o alcance, a incerteza e a resolução adequada ao intervalo de medição. Uma vez que o intervalo de caudal para a calibração destes instrumentos é muito alargado, foi escolhida uma de duas balanças consoante o caudal pretendido, conforme desenvolvido no Subcapítulo 3.9.

ii. Barómetro

iii. Líquido de calibração [28]

O líquido de calibração utilizado pelo LVO é água destilada com uma condutividade elétrica inferior a 5,0 $\mu\text{S/cm}$. No caso da seringa *Nexus 3000* é instalado um desgaseificador em linha, tal como referido no Subcapítulo 3.5, de modo a que a água seja desgaseificada antes da sua utilização. A

instalação deste sistema é feita por meio de uma tubagem que liga o desgaseificador a uma válvula que direciona o caudal à seringa.

iv. Hidrómetro

v. Recipiente de pesagem

Para efetuar este tipo de calibrações são utilizados dois recipientes de pesagem, em função da balança a utilizar, de forma a garantir que o recipiente de pesagem possui uma capacidade adequada à medição. No caso de se optar por realizar a calibração no intervalo de caudais mais reduzidos (balança *Mettler Toledo AX26*), o recipiente de pesagem é um copo de 6 mL acoplado a uma armadilha de evaporação (*evaporation trap*) referida no Subcapítulo 3.8. Já para caudais maiores (balança *Mettler Toledo XP205*) o recipiente utilizado é um copo de precipitação de 150 mL de capacidade.

Em ambos os casos o recipiente de pesagem deve conter uma quantidade de água suficiente para que o cateter/tubagem/agulha esteja imerso no líquido.

vi. Sensor de pressão [28]

A instalação do sensor de pressão apenas acontece na utilização da *Nexus 3000*. A sua instalação permite detetar uma fuga ou uma perturbação na linha conforme descrito no Subcapítulo 3.7.

vii. Termómetro

viii. Válvula automática [28]

Tal como acontece com o sensor de pressão, este equipamento apenas é utilizado com a seringa *Nexus 3000* do sistema padrão. A válvula automática é uma válvula de 5 vias, com o objetivo de direcionar o caudal (Subcapítulo 3.4).

6.3.2 Condições de Referência

As condições de referência para efetuar calibrações com sistemas doseadores de fluidos são idênticas às exigidas para as calibrações de material volumétrico [28].

6.3.3. Modo Operatório

i. Limpeza [28]

Na utilização da *Nexus 3000* é necessário efetuar a limpeza das seringas de vidro. No caso da seringa perfusora e da bomba peristáltica não é necessário ter em conta a limpeza dos consumíveis, dado que são todos descartáveis.

ii. Preparação do sistema [28]

Antes de se iniciar um ensaio é necessário garantir que todo o sistema se encontra em carga, retirando as bolhas de ar presentes quer na tubagem quer nas seringas a utilizar.

No que toca à montagem, o instrumento doseador de fluidos deve estar instalado à mesma altura que a ponta da agulha/cateter/tubagem está imersa no recipiente de pesagem segundo a norma IEC 60601-2-24 [35], situação ilustrada na Figura 6.10.

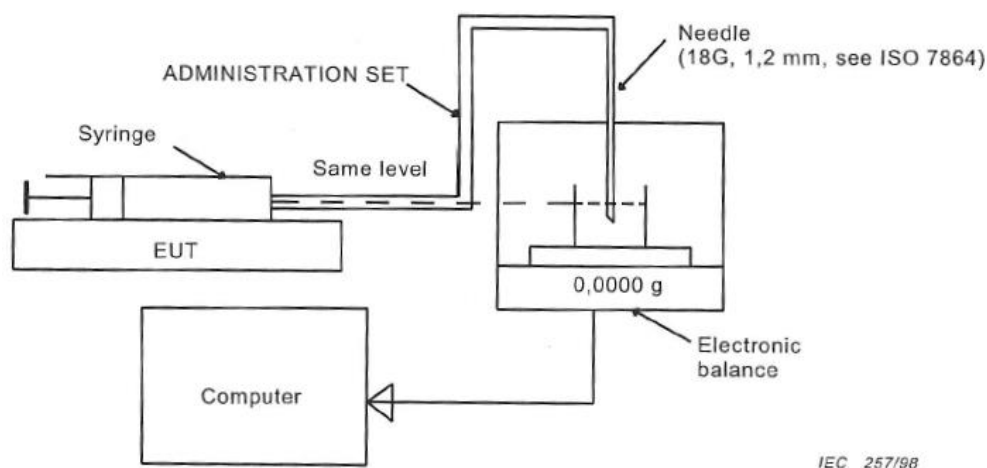


Figura 6.10 - Exemplificação de uma montagem com um instrumento doseador de fluidos [35]

iii. Medição da temperatura [28]

A medição da temperatura da água é feita antes de se iniciar o ensaio e no final do mesmo. Para efeitos de cálculo utiliza-se o resultado médio das duas medições.

iv. Aquisição e tratamento de dados [28]

O programa informático desenvolvido para automatizar a recolha, a validação, o tratamento estatístico dos dados e o respetivo cálculo de incertezas foi escrito em ambiente *LabVIEW*. O *software* adquire os valores em massa obtidos pela balança e converte-os em volume. Os dados são recolhidos com um intervalo entre medições de 250 ms e intervalo de patamar de 30 s. O seu funcionamento detalhado encontra-se apresentado no Anexo I.

6.3.4 Procedimento Experimental

i. Seringa Nexus 3000 [28]

Antes de se iniciar um ensaio com a *Nexus*, deve-se proceder à escolha das seringas a utilizar, de acordo com a Tabela 6.1, podendo estas ser em vidro ou aço inoxidável.

Tabela 6.1 - Escolha da seringa a utilizar consoante o caudal [28]

Capacidade da Seringa (mL)	Intervalo de Caudal (mL/h)	Diâmetro Interno (mm)
0,1	<0,1	1,46
0,5	[0,1; 0,5]	3,26
1	[0,5; 1]	4,61
5	[1; 6]	10,30
10	[6; 20]	14,57
25	[20; 60]	23,00
100	[60; 600]	35,70

Uma vez que a seringa funciona nos dois sistemas padrão concebidos, dependendo do intervalo de caudal pretendido, é escolhida a balança a utilizar e o diâmetro da tubagem, sendo 1/16'' para menores caudais e 1/8'' para os superiores. São exemplos destas montagens a Figura 3.7 e a Figura 3.8.

O procedimento para efetuar a calibração da *Nexus 3000* é o seguinte:

1. Iniciar o *software* de aquisição de dados em linguagem *LabVIEW* e escolher a balança a utilizar;
2. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro .TXT (parâmetros, ficheiro de dados);
3. Ligar o sensor de pressão;
4. Ligar o desgaseificador em linha;
5. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade e pressão) e registar os valores dos parâmetros nos respetivos campos do *software* de aquisição de dados;
6. Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa e registá-la no *software* de aquisição de dados;
7. Encher manualmente as seringas, cerca de 10 %;
8. Colocar as seringas na *Nexus 3000* e escolher o diâmetro interno da seringa a utilizar com base na Tabela 6.1;
9. Colocar a válvula na posição de Purga;

10. Selecionar o modo “infusion” e fazer a purga, de forma a eliminar bolhas de ar contidas no interior da seringa e na tubagem. A purga deve ser executada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (no caso de ensaios com caudais inferiores a 10 mL/h a purga pode ser efetuada com um caudal um pouco superior, de forma a reduzir os tempos de preparação do ensaio) e decorrer até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem;
11. Colocar a válvula na posição de alimentação e a *Nexus 3000* no modo “*withdraw*” de modo a proceder ao enchimento total das seringas;
12. Clicar no botão “*START*” da *Nexus 3000*, e “*STOP*” quando as seringas estiverem cheias. O enchimento deve ser feito a um caudal que minimize a entrada de ar na seringa;
13. Colocar a válvula na posição de purga, clicar em F3 até saída de líquido no recipiente de purga;
14. Colocar a válvula na posição balança;
15. Escolher o caudal/volume a debitar/duração do ensaio e selecionar o modo infusão “*infusion*”;
16. Depois de se garantir que toda a tubagem está em carga e que a ponta do tubo, localizada dentro do recipiente de recolha, se encontra imersa, pode ser iniciado o processo de medição, clicando no botão “*MEDIR*” do *software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “*START*” da *Nexus 3000* (já devidamente programada para o ensaio);
17. Quando terminar o processo de infusão, a medição deve ser terminada simultaneamente; para tal, premir o botão “*STOP*” no equipamento e o botão “*MEDIR*” no *software*;
18. Registar a temperatura do líquido no recipiente de pesagem no final de ensaio;
19. Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “*GUARDAR*”.

ii. Seringa perfusora

Tal como acontece com a seringa *Nexus 3000*, para calibrar uma seringa perfusora também é necessário escolher a seringa que se pretende utilizar (1 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL ou 50 mL). As seringas utilizadas na seringa perfusora são fabricadas em polipropileno. Um exemplo desta montagem é apresentado na Figura 4.5. O procedimento para calibrar uma seringa perfusora deve ter em consideração os seguintes passos:

1. Iniciar o *software* de aquisição de dados em linguagem *LabVIEW* e escolher a balança a utilizar;
2. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT (parâmetros, ficheiro de dados);
3. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade e pressão) e registar os valores destes parâmetros nos respetivos campos do *software* de aquisição de dados;

4. Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa e registá-la no *software* de aquisição de dados;
5. Encher a seringa manualmente na sua totalidade e eliminar as bolhas presentes no interior;
6. Instalar a seringa no equipamento segundo instruções do fabricante;
7. Realizar a purga escolhendo um caudal igual ao do ensaio subsequente (no caso de ensaios com caudais inferiores a 10 mL/h, a purga pode ser efetuada com um caudal um pouco superior, de forma a reduzir os tempos de preparação do ensaio); premir o botão “*START/STOP*” no equipamento e de modo a que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem (este ponto pode ser executado premindo o botão “*BOLUS*” no equipamento, se aplicável);
8. Escolher o caudal/volume a debitar e a duração do ensaio;
9. Inserir cateter/agulha dentro do recipiente de recolha, de forma a ficar imerso;
10. Iniciar o processo de medição, clicando no botão “*MEDIR*” do *software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “*START/STOP*” da seringa;
11. Quando terminar o processo de doseamento, premir o botão “*START/STOP*” na seringa e o botão “*MEDIR*” no *software*;
12. Registar a temperatura do líquido no recipiente de pesagem no final de ensaio;
13. Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “*GUARDAR*”.

iii. Bomba peristáltica

Ao contrário dos instrumentos anteriores, a bomba peristáltica não utiliza seringas para efetuar o débito de caudal, usando ao invés um saco de soro que é diretamente ligado à linha de perfusão, observável na Figura 4.9. A sua calibração é muito idêntica à da seringa perfusora e deve ser efetuada através das seguintes etapas:

1. Iniciar o *software* de aquisição de dados em linguagem *LabVIEW* e escolher a balança a utilizar;
2. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT (parâmetros, ficheiro de dados);
3. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade e pressão) e registar os valores destes parâmetros nos respetivos campos do *software* de aquisição de dados;
4. Encher o saco de soro com o líquido a utilizar;
5. Encher o cilindro da linha de perfusão a dois terços da sua capacidade e de seguida proceder ao enchimento total da linha, se aplicável;

6. Medir a temperatura da água e registá-la no *software* de aquisição de dados;
7. Realizar a purga escolhendo um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (no caso de ensaios com caudais inferiores a 10 mL/h a purga pode ser efetuada com um caudal um pouco superior, de forma a reduzir os tempos de preparação do ensaio), premir o botão “*START/STOP*” no equipamento e decorrer até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem (este ponto pode ser executado premindo o botão “*BOLUS*” no equipamento, se aplicável);
8. Escolher o caudal/volume a debitar/duração do ensaio;
9. Inserir cateter/agulha dentro do recipiente de recolha, de forma a ficar imerso;
10. Iniciar o processo de medição, clicando no botão “MEDIR” do *software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “*START/STOP*” da bomba peristáltica;
11. Quando terminar o processo de doseamento, premir o botão “*START/STOP*” na bomba peristáltica e o botão “MEDIR” no *software*;
12. Registrar a temperatura do líquido no recipiente de pesagem no final de ensaio;
13. Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “GUARDAR”.

6.4 Calibração de Balanças

Como é possível constatar da leitura dos capítulos anteriores, a balança é sempre um padrão de trabalho necessário para efetuar uma calibração. Tal como acontece com os instrumentos doseadores de líquidos e com os instrumentos volumétricos, a balança é também um instrumento que necessita de ser calibrado. A calibração de uma balança tem como objetivo obter medições de massa com o maior rigor possível.

Neste subcapítulo são descritas as tarefas necessárias para efetuar a calibração de uma balança com base no procedimento “Calibração de balanças no laboratório de volume” [36]. A calibração de uma balança deve ser realizada com uma periodicidade anual.

6.5.1 Padrões de Trabalho

i. Hidrómetro

ii. Massas padrão

As massas utilizadas na calibração das balanças necessitam de ser previamente calibradas.

iii. Termómetro

6.5.2 Condições de Referência

As condições ambientais devem apresentar-se estáveis ao longo da calibração, não devendo ocorrer grandes variações nos valores de temperatura, humidade relativa e pressão. A temperatura de referência para efetuar a calibração é de 20 °C. As massas padrão devem ser previamente colocadas na sala onde se vai efetuar a calibração para que seja garantido o equilíbrio térmico entre as massas e a balança [36].

6.5.3 Modo Operatório

i. Limpeza [36]

Deve ser efetuada a limpeza das massas calibradas a utilizar com recurso a um pincel próprio, de modo a prevenir influências externas à calibração. Também na balança a calibrar deve ser efetuada uma limpeza de acordo com as instruções do fabricante.

ii. Manuseamento [36]

O operador deve manusear as massas o menor tempo possível e sempre com recurso a uma pinça ou luvas apropriadas, diminuindo assim o risco de contaminação ou variação da temperatura das massas.

iii. Pesagem [36]

Com vista a obter medições com maior exatidão é necessário levar em conta alguns fatores:

- A balança deve estar instalada numa bancada anti-vibratória e deve estar nivelada;
- A câmara e o prato de pesagem devem estar limpos;
- Antes de se iniciar o processo de pesagem, deve ser verificado o funcionamento da tara e constatada a estabilidade da indicação;
- Colocar sempre as massas para calibração e o recipiente de recolha de líquido no centro do prato de pesagem;
- Evitar colocar as mãos no seu interior e utilizar pinças anti-estáticas.

6.5.4 Procedimento Experimental

Na Figura 6.11 são apresentados dois exemplos de balanças existentes no LVO, nomeadamente as utilizadas nos ensaios de micro caudais.



Figura 6.11 - Balanças Mettler Toledo AX26 e XP205

i. Ensaios prévios [36]

1. Verificar o nivelamento e o estado da limpeza da balança;
2. Efetuar a calibração interna à balança seguindo as instruções do fabricante;
3. Escolher pelo menos cinco valores de massa, que estejam regularmente distribuídos ao longo do intervalo de medição da balança a calibrar. A sequência de calibração da balança deve ser efetuada da massa de maior valor para a massa de menor valor.

ii. Ensaios repetibilidade [36]

1. Deve-se efetuar no mínimo cinco ensaios para cada valor de massa selecionado, sendo sempre necessário que a balança seja colocada a zero antes de ser efetuada uma medição;
2. Registrar a temperatura no início e no fim dos ensaios;
3. No final dos ensaios determinar o erro de indicação (diferença entre a média do valor indicado pela balança e o valor de referência da massa utilizada) e a incerteza da repetibilidade para cada valor de massa selecionado.

iii. Ensaios excentricidade [36]

1. Efetuar uma medição em 5 diferentes posições do prato da balança, de acordo com a Figura 6.12, com uma massa igual ou superior a um terço do alcance máximo da balança (m_{max}). A primeira posição é medida no início e no fim do ciclo, sendo utilizado o valor médio. Após as medições é determinada a incerteza padrão da excentricidade para cada valor de massa.

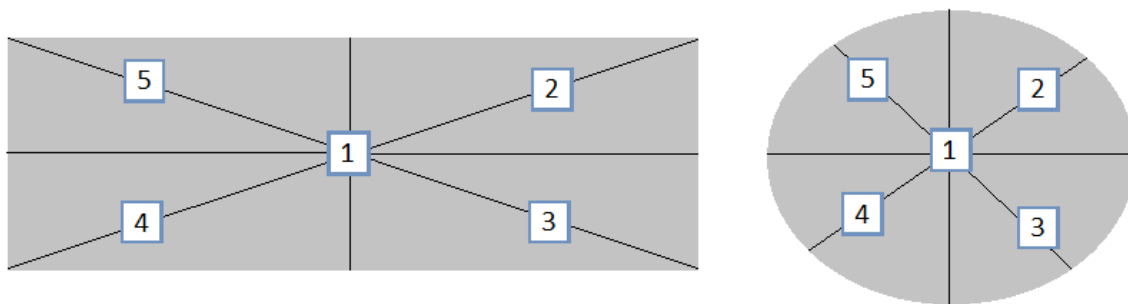


Figura 6.12 - Representação da posição da massa num ensaio de excentricidade, numa balança com prato retangular e prato circular [36]

6.5 Estudo à Evaporação

A evaporação é um fenómeno a ter em conta na calibração dos instrumentos doseadores de fluidos, dado que ensaios deste tipo decorrem durante um intervalo de tempo e com o passar do tempo ocorre evaporação. Por esta razão é necessário realizar ensaios para determinar a quantidade de massa de líquido evaporada.

Tal como já foi referido, as duas balanças possuem recipientes de pesagem distintos, pelo que devem ser realizados ensaios para a determinação da evaporação de líquido nos dois recipientes. No caso da balança *Mettler Toledo AX26* é possível acoplar ao copo de 6 mL a armadilha de evaporação (*evaporation trap*); no entanto, para a balança *Mettler Toledo XP205* não é possível devido às características da balança. Neste caso o copo de precipitação utilizado é coberto com folha de alumínio, contendo apenas um furo ao centro para permitir a entrada da linha de perfusão, diminuindo assim a área exposta ao ar e por sua vez à evaporação. Os dois recipientes utilizados neste estudo apresentam-se na Figura 6.13.



Figura 6.13 - Recipientes de pesagem utilizados nas duas balanças

Os ensaios consistem em encher o copo de pesagem com água e registar durante 24 h, na balança respetiva, o valor da massa durante intervalos periódicos.

A taxa de evaporação é determinada pela relação entre o volume de líquido evaporado e o tempo registado. Considera-se o desvio padrão da taxa de evaporação como a incerteza associada ao

componente de evaporação e a média da taxa de evaporação corresponde ao seu valor efetivo, utilizado como correção ao valor de caudal determinado pela Equação 5.17.

O estudo à evaporação deve ser realizado como se de um ensaio para uma calibração de um instrumento doseador de fluidos se tratasse, i.e., todo o sistema deve ser montado, mas sem ocorrer passagem de caudal para o recipiente de recolha.

7. Análise e Discussão de Resultados

Neste capítulo são apresentados os resultados dos ensaios realizados para proceder à elaboração do procedimento de calibração de sistemas doseadores de fluidos. São ainda apresentados os resultados obtidos na calibração de material volumétrico na fase de formação do estágio.

7.1 Calibração de Instrumentos Volumétricos

Os resultados apresentados neste subcapítulo dizem respeito à fase de formação, realizada no início do estágio, com vista a obter experiência de trabalho com o método gravimétrico. Foram realizadas calibrações de instrumentos volumétricos, entre os quais um picnómetro, um balão, duas pipetas, uma proveta, uma bureta digital e por fim uma seringa. Os resultados estão apresentados na Tabela 7.1.

Tabela 7.1 - Calibração de instrumentos volumétricos

Instrumento	Capacidade (mL)	Valor Médio (mL)	Incerteza Expandida (mL)
Picnómetro de alumínio	100	99,979	0,002
		99,979	0,002
Balão	100	99,983	0,014
		99,989	0,009
Pipeta graduada	5	4,993	0,008
		5,004	0,003
Pipeta volumétrica	10	9,997	0,002
		9,996	0,004
Proveta	25	24,845	0,008
		24,843	0,007
Bureta digital	50	50,040	0,017
		50,039	0,012
Seringa	10	10,140	0,014
		10,162	0,013

Para efetuar a calibração de todos os instrumentos apresentados, foram realizadas duas calibrações em dias diferentes, de forma a avaliar a reprodutibilidade do operador. Como se pode observar na Tabela 7.1, os resultados obtidos nas duas pesagens estão concordantes entre si e correspondem na sua maioria aos valores obtidos pelos técnicos do LVO quando efetuam calibrações destes instrumentos.

7.2 Estudo à Evaporação

A possibilidade de utilização de dois sistemas diferentes para diminuir a evaporação, um com a seringa perfusora e outro com a bomba peristáltica, impõe a utilização de um recipiente de pesagem diferente para cada uma das balanças. No caso da seringa, é utilizado um copo em vidro, com capacidade de 6 mL, ao qual está acoplado o sistema de evaporação *evaporation trap*, como referido anteriormente. No sistema com a bomba peristáltica, foi utilizado um copo de precipitação com capacidade de 150 mL.

O estudo realizado para determinação da taxa de evaporação da *evaporation trap*, utilizado na balança *MettlerToledo AX26*, realizado nas dissertações que antecederam a presente dissertação, concluiu que este sistema é bastante eficaz, uma vez que a taxa de evaporação com este sistema é muito reduzida.

Quanto ao estudo realizado à evaporação do copo de precipitação, utilizado na balança *Mettler Toledo XP205*, este foi realizado de acordo com o procedimento experimental apresentado no Subcapítulo 6.5. Este estudo consistiu na colocação do recipiente de pesagem meio cheio na balança, sendo retiradas leituras de massa ao longo do tempo.

Tabela 7.2 - Resultados obtidos no estudo à evaporação na balança XP205

Tempo (s)	Massa (mg)	Massa evaporada (mg)	Volume evaporado (mL)	Taxa de evaporação (mL/h)
0	135882,06	—	—	—
900	135880,06	2,00	0,0020	0,0080
1800	135878,14	3,92	0,0039	0,0079
3600	135874,16	7,90	0,0079	0,0079
7200	135866,49	15,57	0,0156	0,0078
75600	135718,23	148,26	0,1485	0,0071

Na Tabela 7.2, observam-se as leituras de massa feitas diretamente da balança, o volume evaporado e a taxa de evaporação em cada intervalo de tempo. O volume evaporado é obtido pela seguinte equação:

$$d = \frac{m}{V} \quad \text{Equação 7.63}$$

Com $d = 999,82071 \text{ kg/m}^3$, correspondente à densidade da água à temperatura de referência de 20 °C, m é a massa evaporada e V o volume pretendido. A taxa de evaporação, para cada intervalo de tempo, é determinada pela razão entre o volume evaporado em mL e o tempo em horas.

Na Tabela 7.3 apresenta-se a taxa de evaporação obtida pela média das taxas de evaporação em cada intervalo de tempo para as duas balanças. O seu valor deve ser somado ao valor de caudal médio obtido num determinado ensaio de modo a efetuar a correção à evaporação. A incerteza associada à evaporação é obtida pela razão entre o desvio padrão das taxas de evaporação e a raiz quadrada do número de intervalos de tempo (desvio padrão da média), sendo neste caso igual a 5.

Tabela 7.3 - Taxa de evaporação e incerteza associada para as duas balanças utilizadas

	AX26	XP205
Taxa de evaporação (mL/h)	$3,9 \times 10^{-4}$	$7,7 \times 10^{-3}$
Incerteza associada (mL/h)	1×10^{-4}	$1,69 \times 10^{-4}$

Como se pode observar a taxa de evaporação obtida para a balança *Mettler Toledo* AX26 é cerca de 10 vezes inferior em comparação com a obtida com a balança *Mettler Toledo* XP205. No que respeita à incerteza associada para as duas balanças, também se obteve uma menor incerteza para a balança AX26. Estas diferenças devem-se ao facto de nesta balança ser utilizado a armadilha de evaporação, o que diminui substancialmente a taxa de evaporação.

7.3 Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais

Após a formação recebida sobre calibração de instrumentos volumétricos através do método gravimétrico, deu-se início aos ensaios de micro caudal.

7.3.1 Estabilidade do Padrão

De modo a promover a aprendizagem na utilização do sistema padrão e comparar os valores medidos em diferentes ocasiões, por diferentes operadores, foram realizados ensaios idênticos aos efetuados na dissertação anterior. Assim, realizaram-se ensaios com diferentes seringas, para

diferentes caudais, conforme a Tabela 7.4. No final do estágio foram realizados os mesmos ensaios, de forma a obter reprodutibilidade do sistema padrão.

O erro apresentado foi determinado, em percentagem, de acordo com a Equação 7.64.

$$e(\%) = \frac{(\text{Valor Nominal} - \text{Valor Médio}) * 100}{\text{Valor Médio}} \quad \text{Equação 7.64}$$

Tabela 7.4 - Ensaios de estabilidade do sistema padrão para caudais de 0,006 mL/h a 20 mL/h

Seringa (mL)	Caudal Nominal (mL/h)	Data	Valor Médio de Caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida (%)
0,5	0,12	23-03-2014	0,112	7,2	3,7
		18-09-2014	0,114	5,7	4,1
5	0,6	23-03-2014	0,610	- 1,5	2,9
		18-09-2014	0,603	- 0,6	1,6
5	2	23-03-2014	2,026	-1,3	1,4
		18-09-2014	2,015	- 0,7	1,4
10	6	23-03-2014	6,020	-0,3	0,8
		18-09-2014	6,016	- 0,3	1,0
25	20	23-03-2014	19,976	0,1	2,2
		18-09-2014	19,882	0,6	0,6

A análise dos erros e incertezas obtidos em função do caudal pode ser feita através do gráfico apresentado na Figura 7.1. As barras presentes no gráfico correspondem à incerteza expandida.

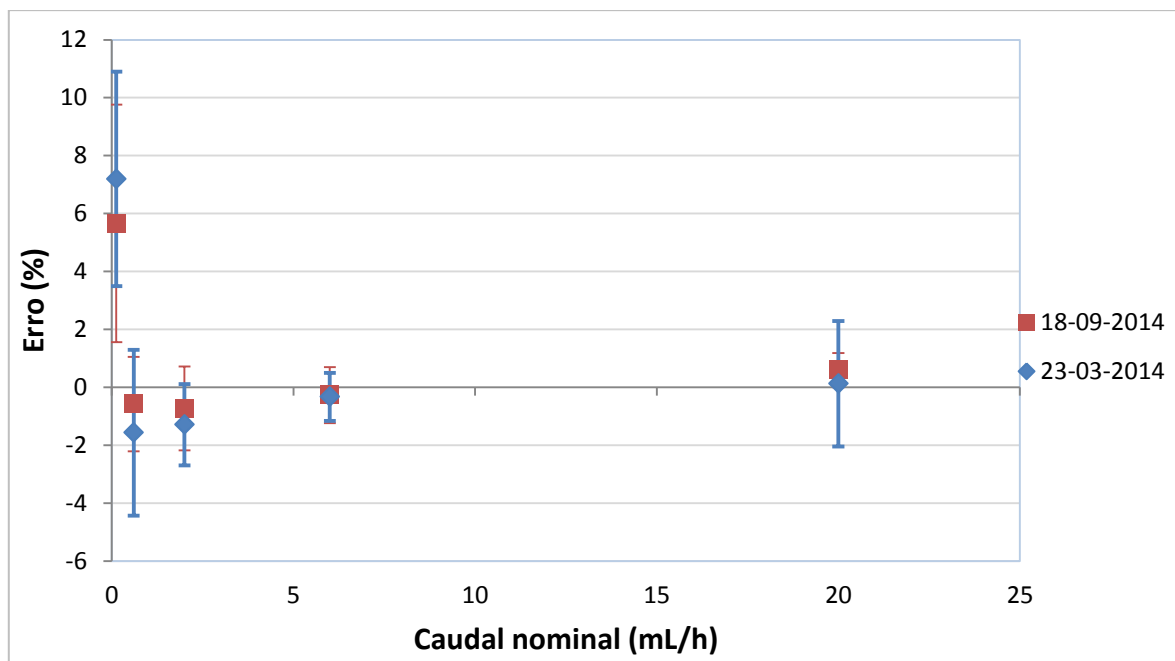


Figura 7.1 – Representação gráfica do erro obtido em relação ao caudal nos ensaios de estabilidade do sistema padrão de 0,006 mL/h a 20 mL/h

Como se pode observar, os resultados obtidos estão concordantes entre si, não existindo grandes discrepâncias de resultados dado que os erros obtidos estão dentro da incerteza. Desta forma é possível obter reprodutibilidade destes ensaios, uma vez que foram realizados em dias diferentes e obtiveram-se resultados semelhantes.

7.3.2 Influência da Viscosidade

Neste subcapítulo são apresentados os resultados referentes aos ensaios realizados com soluções de diferentes viscosidades. O objetivo deste estudo consiste em verificar a influência da viscosidade de um líquido no escoamento de um determinado caudal pretendido.

Para realizar este estudo, o LVO realizou ensaios com líquidos de diferentes viscosidades, tendo sido preparadas soluções com viscosidades de 1,5; 2; 2,5; 5; 10 mPa.s. Na dissertação anterior, as soluções concebidas foram-no à base de glicerol, no entanto, os resultados obtidos apresentaram uma incerteza demasiado elevada. Com o objetivo de melhorar a incerteza obtida anteriormente, foram feitos ensaios a duas soluções à base de glucose e glicerol.

Na Tabela 7.5 e Tabela 7.6 são apresentadas as propriedades das soluções à base de glicerol e glucose, respetivamente, para a temperatura de referência de 20 °C.

Tabela 7.5 - Propriedades das soluções à base de glicerol

Viscosidade Teórica (mPa·s)	Viscosidade Dinâmica (mPa·s)	Massa Volúmica (g/cm ³)
1,5	1,515	1,035
2	2,031	1,058
2,5	2,529	1,074
5	4,768	1,107
10	8,950	1,125

Tabela 7.6 - Propriedades das soluções à base de glucose

Viscosidade Teórica (mPa·s)	Viscosidade Dinâmica (mPa·s)	Massa Volúmica (g/cm ³)
1,5	1,443	1,048
2	1,856	1,077
2,5	2,242	1,098
5	3,850	1,149
10	9,955	1,192

Os ensaios realizados com as duas soluções foram feitos de forma idêntica, de modo a poder comparar os resultados obtidos. Estes foram realizados para os caudais de 1 mL/h, 5 mL/h e 10 mL/h, com duas seringas de vidro, montadas em paralelo, de 10 mL de capacidade, no sistema padrão de medição de micro caudais, entre 0,006 mL/h e 20 mL/h.

No que diz respeito à duração dos ensaios, estes foram realizados ao longo de 60 minutos, 50 minutos e 20 minutos, para 1 mL/h, 5 mL/h e 10 mL/h, respetivamente. A estes tempos são somados 10 minutos, no início de todos os ensaios, com a finalidade de obter estabilização de caudal, sendo que o tratamento de dados só se inicia após esse tempo. Para cada valor de caudal nominal, foram realizados 3 ensaios, de forma a obter repetibilidade do estudo.

O valor médio de caudal indicado na Tabela 7.7 corresponde à média do caudal obtido nos três ensaios realizados para cada viscosidade. O erro apresentado corresponde à diferença entre o valor médio de caudal, para cada viscosidade, em comparação com o valor médio da água, conforme a Equação 7.65. A incerteza expandida segue as fórmulas de cálculo apresentadas no Capítulo 5.

$$e(\%) = \frac{(\text{Valor Médio} - \text{Valor Médio da Água}) * 100}{\text{Valor Médio}}$$

Equação 7.65

Na Tabela 7.7 e Tabela 7.8 são apresentados os resultados obtidos sob a forma de tabela para as soluções à base de glicerol e glucose, respetivamente.

Tabela 7.7 - Resultados obtidos nos ensaios efetuados com soluções com diferentes viscosidades de glicerol [15]

Viscosidade Teórica (mPa·s)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio de Caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida (%)
1 (água)	1	0,996	0	1,7
1,5		0,983	- 1,3	1,7
2		0,991	- 0,6	2,1
2,5		0,989	- 0,7	4,4
5		0,964	- 3,2	4,4
10		0,969	- 2,6	9,1
1 (água)	5	0,989	0	1,3
1,5		4,911	- 0,1	1,1
2		4,903	0,5	1,2
2,5		4,937	0,2	1,2
5		4,922	0,1	1,3
10		4,915	0,1	2,4
1 (água)	10	4,915	0	0,8
1,5		4,914	- 0,1	0,8
2		9,828	0,4	0,8
2,5		9,819	- 0,1	1,0
5		9,870	0,4	1,3
10		9,815	- 0,5	2,2

Tabela 7.8 – Resultados obtidos nos ensaios efetuados com soluções com diferentes viscosidades de glucose

Viscosidade Teórica (mPa·s)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio de Caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida (%)
1 (água)	1	1,037	0	1,2
1,5		1,038	0	1,3
2		1,031	- 0,6	1,4
2,5		1,035	- 0,1	1,4
5		1,032	- 0,5	1,5
10		1,035	- 0,2	1,3
1 (água)	5	4,990	0	1,0
1,5		4,993	0,1	1,0
2		4,997	0,1	0,9
2,5		5,004	0,3	0,9
5		5,002	0,2	1,1
10		4,990	0	1,1
1 (água)	10	9,981	0	1,3
1,5		9,981	0	1,4
2		9,991	0,1	1,1
2,5		9,994	0,1	1,4
5		10,008	0,3	1,2
10		9,995	0,1	1,3

No que diz respeito ao erro apresentado nas duas soluções, este é mais baixo nas soluções à base de glucose, sendo esta diferença mais notória nos ensaios realizados a 1 mL/h. As incertezas expandidas obtidas são menores com glucose nos caudais de 1 mL/h e 5 mL/h e semelhantes para o caudal de 10 mL/h.

Para uma melhor análise, o erro obtido com os dois tipos de solução é apresentado graficamente na Figura 7.2, Figura 7.3 e Figura 7.4 para os caudais 1 mL/h, 5 mL/h e 10 mL/h, respetivamente. As barras de incerteza representadas nos gráficos são referentes à incerteza expandida em percentagem.

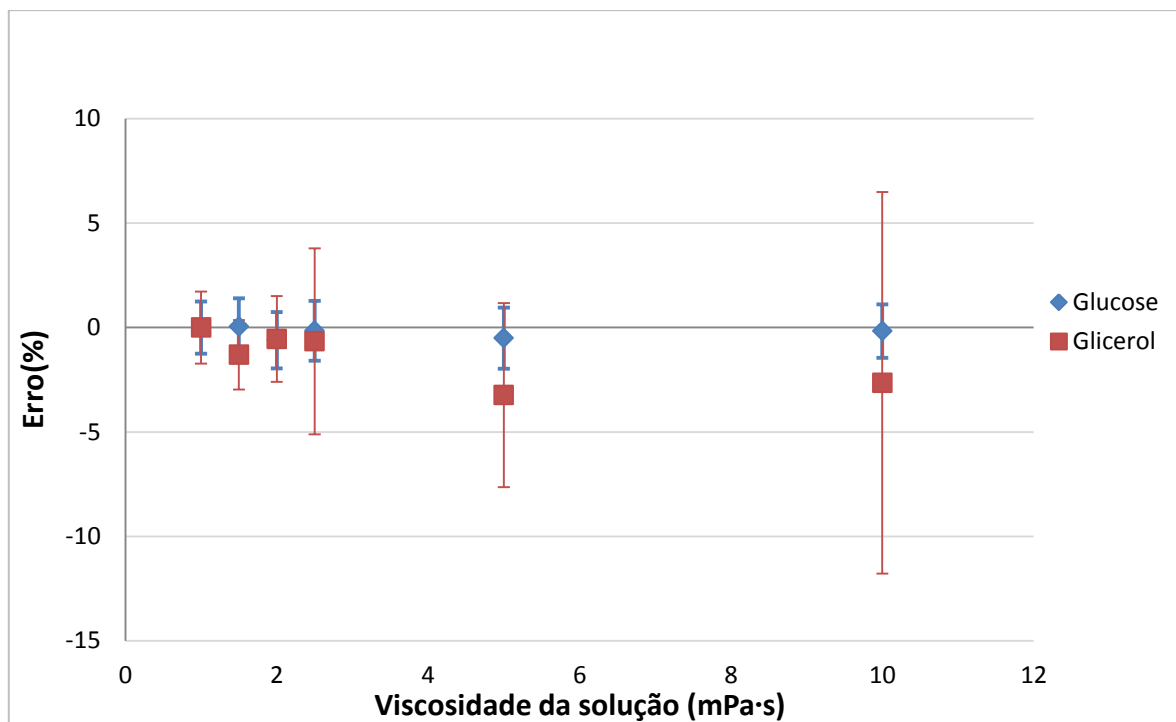


Figura 7.2 - Comparação do erro obtido entre glucose e glicerol para o caudal de 1 mL/h

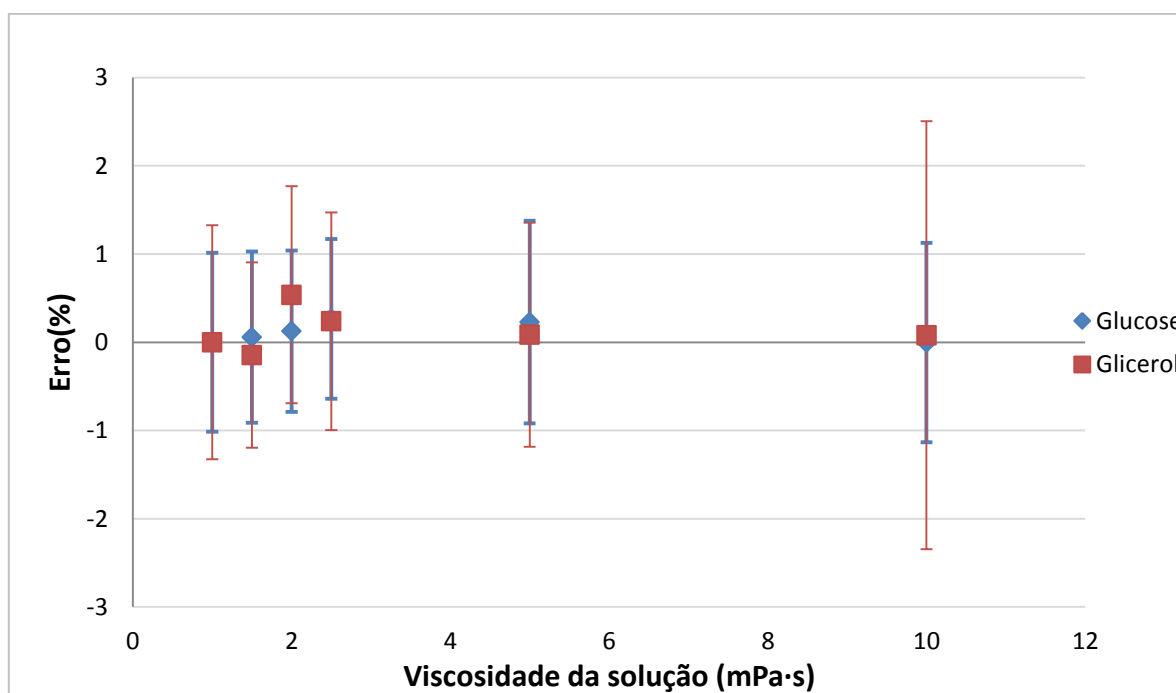


Figura 7.3 - Comparação do erro obtido entre glucose e glicerol para o caudal de 5 mL/h

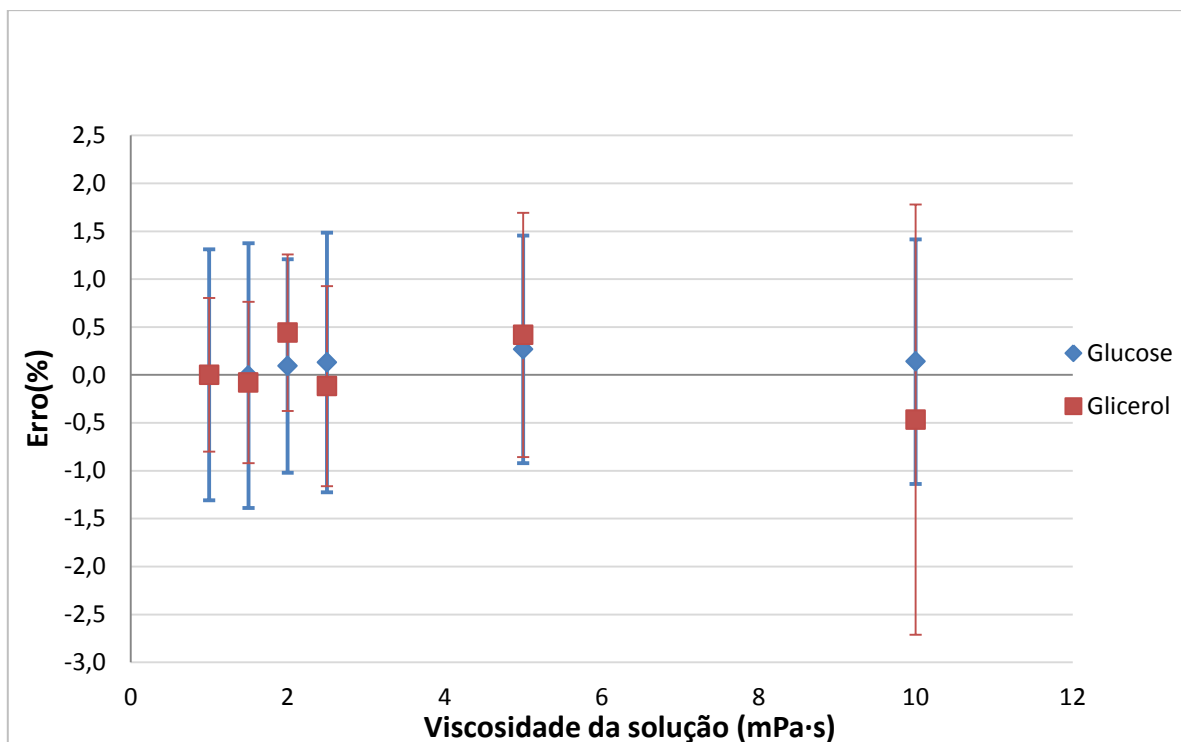


Figura 7.4 - Comparação do erro obtido entre glucose e glicerol para o caudal de 10 mL/h

Através deste estudo pode-se concluir que as soluções à base de glucose apresentam maior estabilidade, observável pelos menores erros e incertezas obtidas do que as produzidas à base de glicerol. Este facto pode ser atribuído a uma taxa de evaporação superior nas soluções de glicerol. Conclui-se assim que para testes semelhantes, as soluções à base de glucose são as mais adequadas.

O facto dos valores de incerteza obtidos serem maiores para 1 mL/h e para 10 mL/h nas duas soluções, está relacionado com facto da seringa de 10 mL de capacidade utilizada não ser a mais adequada a este caudal.

A conclusão final para este estudo no que diz respeito à influência da viscosidade em caudal, é que a viscosidade das soluções estudadas não tem influência direta sobre o erro obtido, logo não tem efeito no caudal debitado.

A realização deste estudo resultou na escrita de um artigo de nome “Calibration of infusion pumps using liquids whose physical properties differ from those of water” [37].

7.4 Calibração de Sistemas Doseadores de Fluidos Utilizados em Ambiente Clínico

Neste subcapítulo são exibidos os resultados dos ensaios obtidos com os sistemas apresentados no Capítulo 4, a seringa perfusora e a bomba peristáltica. Os resultados aqui apresentados são os mais relevantes e com maior interesse a nível médico, por isso, foram tidas em conta as informações fornecidas pelo HGO acerca das necessidades médicas sobre estes equipamentos.

7.4.1 Distinção de Caudais de Trabalho

Tal como referido anteriormente, a utilização da seringa perfusora é aconselhada a bebés prematuros, enquanto a bomba peristáltica destina-se a doentes adultos, o que indica que a seringa deverá trabalhar num intervalo de caudal substancialmente inferior à bomba. Foi com base nesta informação, fornecida pelo HGO, que foram realizados ensaios a diferentes caudais com os dois instrumentos doseadores de fluidos, de forma a conhecer o intervalo de caudais de trabalho a que operam os equipamentos.

No caso da seringa perfusora, os ensaios foram realizados para um caudal de 0,6 mL/h, 2 mL/h e 6 mL/h, com uma seringa com 5 mL de capacidade nos caudais mais baixos e uma seringa de 10 mL para o caudal de 6 mL/h. Quanto à duração de cada ensaio, foi de 1 h para 0,6 mL/h e 2 mL/h e 40 minutos para 6 mL/h. Relativamente à bomba peristáltica, foram realizados ensaios ao mesmo caudal que a seringa, acrescentando os caudais 10 mL/h e 60 mL/h, com duração de 20 e 5 minutos, respetivamente.

A todos os tempos de ensaio, à exceção do caudal de 60 mL/h, foi acrescentado um tempo de 10 minutos ao ensaio, de forma a estabilizar o escoamento. Para cada caudal foram realizados 3 ensaios consecutivos, de forma a obter repetibilidade dos ensaios.

Na Tabela 7.9 são apresentados os resultados obtidos para a seringa perfusora e para a bomba peristáltica, em que o erro apresentado é obtido de acordo com a Equação 5.2 sob a forma de percentagem.

Tabela 7.9 - Resultados obtidos nos ensaios efetuados sobre o intervalo de caudal de trabalho dos instrumentos doseadores de fluidos

Instrumento	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio de Caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida (%)
Seringa Perfusora	0,6	0,600	0	1,1
	2	1,993	- 0,4	0,4
	6	6,008	0,1	0,2
Bomba Peristáltica	0,6	0,602	0,4	12,4
	2	2,007	0,3	6,1
	6	6,029	0,5	4,2
	10	10,125	1,2	4,1
	60	60,314	0,5	0,6

Para uma melhor análise, os erros obtidos e as incertezas em relação aos caudais ensaiados na seringa perfusora e na bomba peristáltica, são apresentados nos gráficos abaixo.

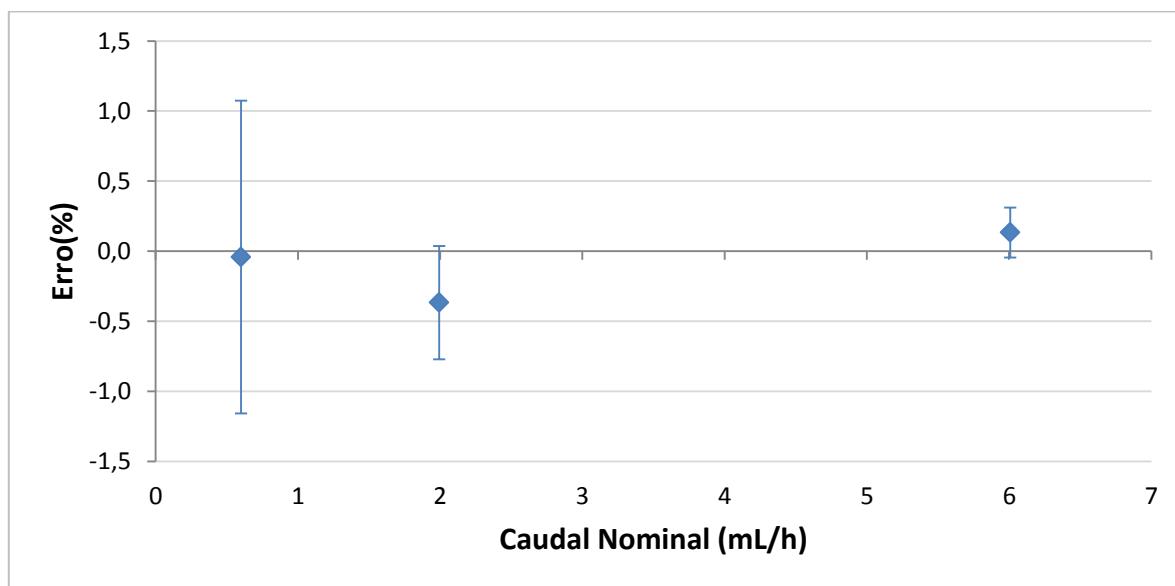


Figura 7.5 - Representação gráfica do erro da seringa perfusora

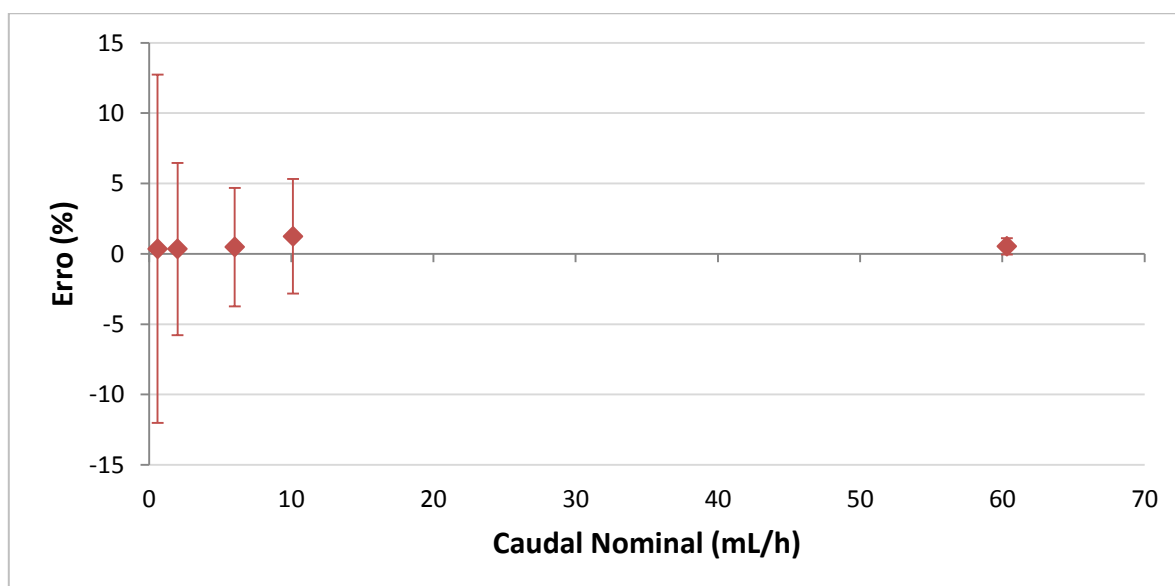


Figura 7.6 - Representação gráfica do erro da bomba peristáltica

Através da análise gráfica, constata-se que a incerteza é maior para fluxos de caudal menores e que esta diminui conforme o aumento do caudal, em ambos os instrumentos.

É possível observar que, para os mesmos caudais, a incerteza expandida obtida com a bomba peristáltica é substancialmente superior à obtida com a seringa perfusora. O motivo para tal suceder pode ser explicado pela análise da Figura 7.7 e Figura 7.8, referentes às leituras de massa e caudal respectivamente, em relação ao tempo, num ensaio realizado a 2 mL/h com a bomba peristáltica.

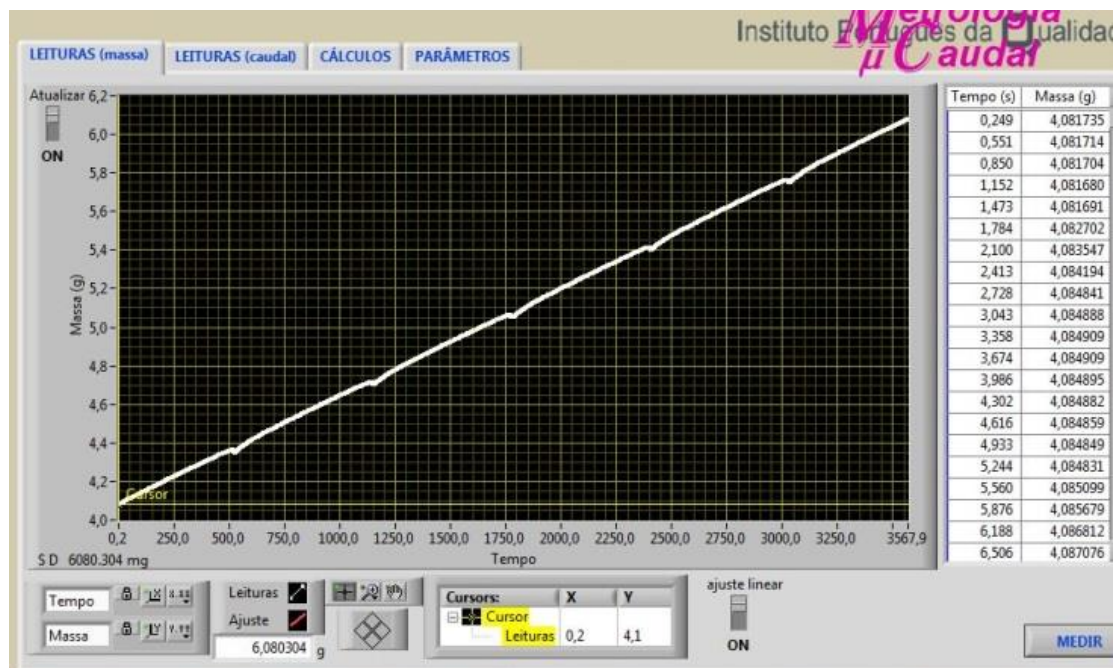


Figura 7.7 - Análise gráfica em LabVIEW do comportamento da bomba peristáltica (massa/tempo)

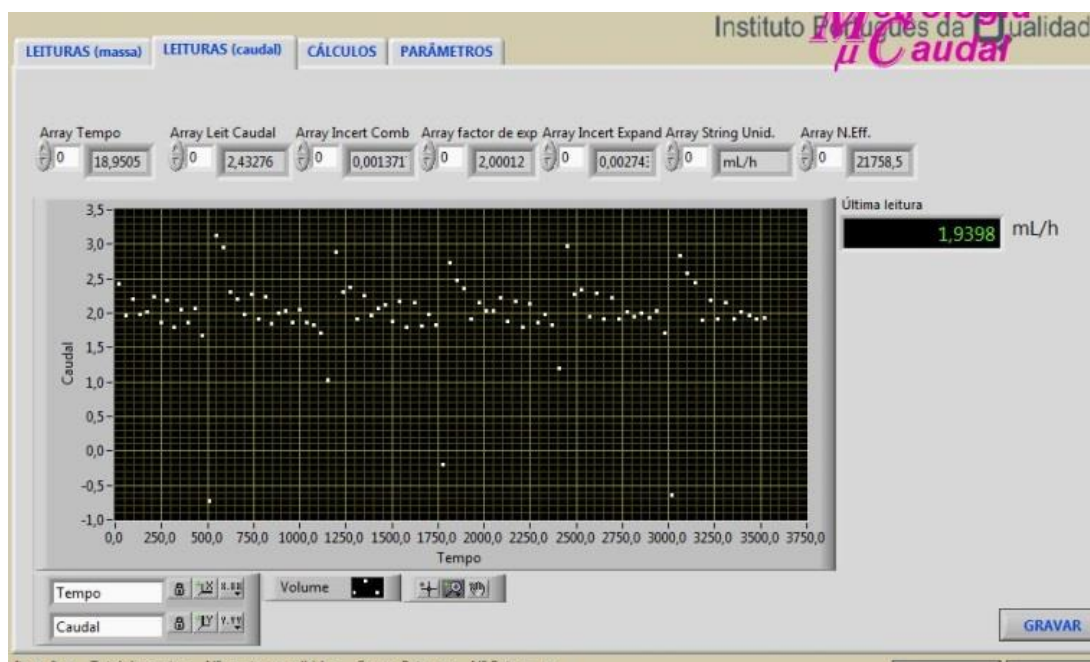


Figura 7.8 - Análise gráfica em LabVIEW do comportamento da bomba peristáltica (caudal/tempo)

Através da análise das figuras anteriores, verifica-se que a bomba tem um comportamento cíclico, onde ocorrem pontos de caudal negativo no decorrer do ensaio. Este facto está diretamente relacionado com o princípio de funcionamento da bomba peristáltica e deve-se a uma aspiração de volume de líquido por parte do instrumento, quando ocorre a passagem da última para a primeira haste, conforme desenvolvido no Subcapítulo 4.2.1. Este volume aspirado pelo instrumento denomina-se por volume morto e não é possível eliminá-lo dos resultados dado que é feita a média dos valores de

caudal para a obtenção do caudal médio. Por consequência, este volume morto tem influência direta nos resultados obtidos.

Pode-se concluir que a bomba peristáltica não apresenta um comportamento estável para poder trabalhar em intervalos de caudal baixos, dado que a incerteza obtida é demasiado elevada. No ensaio realizado a 60 mL/h, observa-se que o comportamento da bomba já não tem influência direta nos resultados, tendo-se obtido uma incerteza inferior a 1 %. Tal acontece porque a transição do décimo segundo dedo/haste para o primeiro é feita muito rapidamente. Este dado vai ao encontro da informação fornecida pelo fabricante *B. Braun*, que refere que a bomba peristáltica só opera para caudais iguais ou superiores a 40 mL/h.

Relativamente à seringa perfusora, conclui-se que o erro obtido está dentro do erro máximo admissível indicado pelo fabricante (2 %), para todos os caudais ensaiados.

Estes estudos resultaram na elaboração de um artigo “Calibração Gravimétrica de Instrumentos Doseadores de Líquidos Utilizados em Ambiente Clínico” [38], e foram também apresentados na conferência ConfMet 2014 – Domínios Emergentes da Metrologia.

7.4.2 Influência da Viscosidade

Na sequência do estudo desenvolvido sobre o impacto da viscosidade de um fluido no sistema padrão, foram testadas soluções com diferentes viscosidades nos dois sistemas doseadores de fluidos em análise. Os resultados apresentados ao longo deste subcapítulo fazem parte dos resultados divulgados pelo IPQ no projeto MeDD em que está inserido.

A nível médico este estudo tem grande relevância, uma vez que em ambiente clínico são administrados fluidos com diferentes viscosidades, sendo no entanto desconhecida a sua influência no caudal. Sabe-se que em ambiente hospitalar o fluido mais viscoso que passa numa linha de perfusão é o sangue, que apresenta uma viscosidade de 3 mPa·s a 4 mPa·s.

As viscosidades teóricas ensaiadas neste estudo para além da água, foram de 2 mPa·s e 4 mPa·s, com o objetivo de estudar um fluido com uma viscosidade aproximada à utilizada em hospital, conforme referido acima. Estas soluções foram concebidas à base de glucose.

i. Seringa perfusora

Foram realizados ensaios com a seringa perfusora, para os caudais de 0,5 mL/h, 2 mL/h e 10 mL/h, com duração de 30 minutos para 0,5 mL/h e 2 mL/h e 15 minutos para 10 mL/h. O tempo de estabilização foi de 15 minutos em cada ensaio, apenas contabilizando os dados após esse tempo. Estes ensaios foram realizados com duas seringas diferentes, uma com 10 mL de capacidade e outra com 50 mL de capacidade, de forma a conhecer qual a seringa que mais se adequa para o intervalo de caudal ensaiado.

Na Tabela 7.10 são apresentados os resultados obtidos nos ensaios realizados com as diferentes viscosidades, em que o valor médio apresentado é a média aritmética dos 3 ensaios consecutivos realizados, obtendo-se assim a repetibilidade dos ensaios. O erro apresentado corresponde ao erro em percentagem para cada viscosidade, em comparação com o valor nominal, determinado de acordo com a Equação 7.64. A incerteza expandida segue as fórmulas de cálculo do Capítulo 5.

Tabela 7.10 - Resultados obtidos nos ensaios efetuados com a seringa perfusora com soluções de diferentes viscosidades

Viscosidade Teórica (mPa·s)	Capacidade da Seringa (mL)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio de Caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida (%)
1 (água)	10	0,5	0,499	0,3	0,1
2			0,497	0,5	0,9
4			0,500	0	0,4
1 (água)		2	1,998	0,1	0,1
2			1,997	0,2	0,5
4			1,998	0,1	0,2
1 (água)		10	10,023	- 0,2	0,2
2			9,984	0,2	0
4			10,024	- 0,2	0,1
1 (água)	50	0,5	0,497	0,7	0,5
2			0,498	0,3	0,9
4			0,491	1,7	1,6
1 (água)		2	1,984	0,8	0,3
2			1,990	0,5	0,2
4			1,993	0,4	0,3
1 (água)		10	9,930	0,7	0,1
2			9,926	0,7	0,3
4			9,974	0,3	0,1

Como se pode observar, os resultados obtidos com as diferentes viscosidades são muito semelhantes a todos os níveis, valor médio, erro e incerteza expandida à exceção para o caudal de 0,5 mL/h com a seringa de 50 mL para a viscosidade 4. Na Figura 7.9 é apresentado sob a forma de gráfico o erro obtido em função do caudal, para as diferentes viscosidades e para as duas seringas. As barras de incerteza não são apresentadas de forma a simplificar a visualização do erro no gráfico.

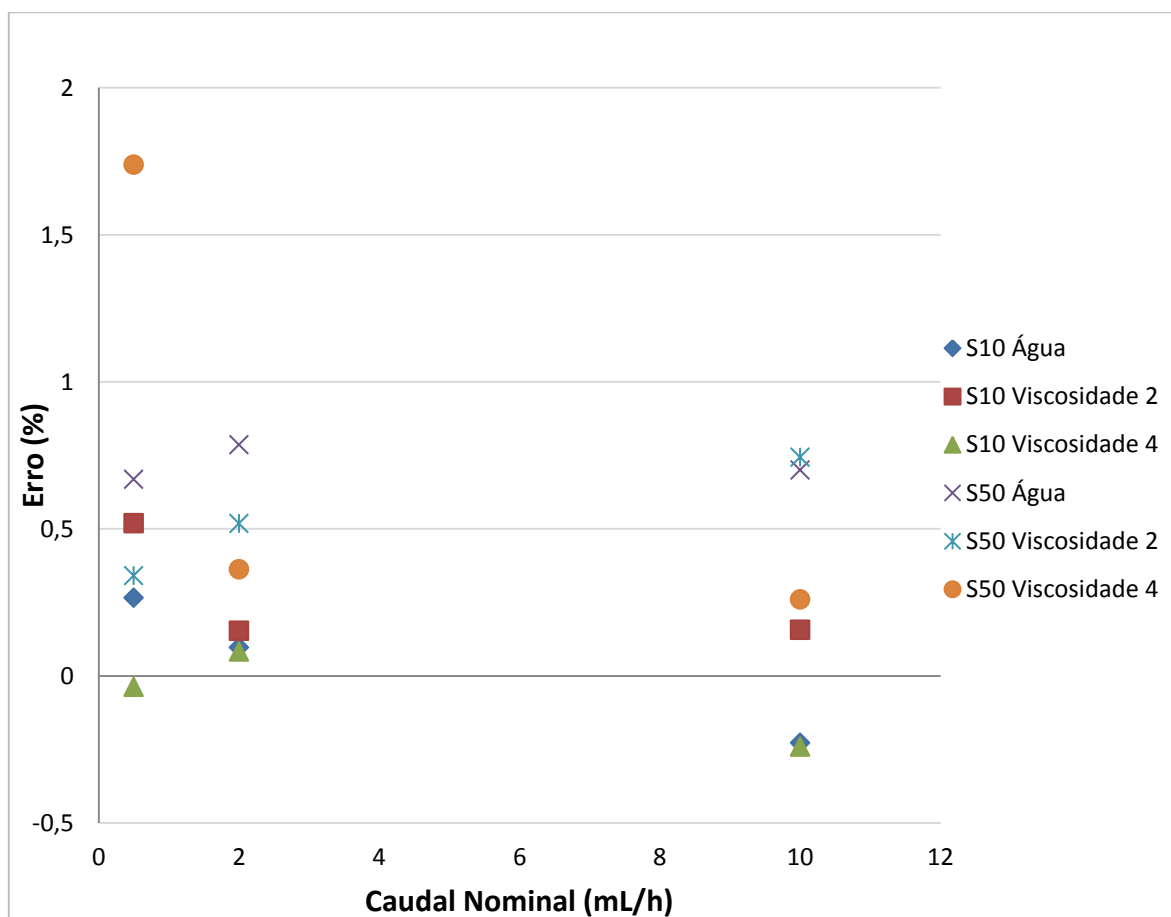


Figura 7.9 - Representação gráfica do erro obtido com diferentes viscosidades aos caudais 0,5mL/h, 2mL/h e 10 mL/h com a seringa perfusora com as seringas de 10 mL e 50 mL de capacidade

Conclui-se que as diferentes viscosidades das soluções testadas não influenciam o erro obtido para os caudais ensaiados na seringa perfusora, exceto no caudal de 0,5 mL/h com a seringa de 50 mL na viscosidade 4. Pode-se concluir que a viscosidade dos diferentes fluidos administrados em ambiente clínico, não tem uma influência significativa no caudal que se pretende administrar quando é utilizada a seringa adequada.

A razão principal para a viscosidade não ter influência no caudal a debitar está relacionada com o princípio de funcionamento da seringa perfusora, o qual foi desenvolvido no Subcapítulo 4.1.1. O parafuso sem fim responsável pelo avanço do êmbolo da seringa, exerce uma força constante no êmbolo. A força exercida não é influenciada pela viscosidade do líquido no interior da seringa, deste modo o caudal debitado é sempre o mesmo independentemente da viscosidade do fluido.

No que diz respeito ao estudo feito com as seringas de diferentes capacidades, pelos resultados obtidos conclui-se que é recomendável o uso da seringa de 10 mL de capacidade para o intervalo de caudal entre 0,5 mL/h e 10 mL/h. Esta conclusão baseia-se no facto do erro obtido com a seringa de 50 mL ser sempre superior ao erro obtido com a seringa de 10 mL, independentemente da viscosidade.

Os resultados obtidos serão publicados na revista *Biomedical Engineering*, já tendo sido aceite o primeiro *draft*.

ii. Bomba peristáltica

Foram realizados ensaios com a bomba peristáltica, para os caudais de 40 mL/h, 80 mL/h e 120 mL/h, todos com uma duração de 15 minutos. Tal como aconteceu nos ensaios com a seringa perfusora, também com a bomba foi dado um tempo de estabilização do caudal. Esse tempo é agora de apenas 5 minutos, dado que é o tempo necessário para o caudal estabilizar com a utilização da bomba.

Na Tabela 7.11 são apresentados os resultados obtidos nos ensaios realizados com as diferentes viscosidades, em que o valor médio apresentado corresponde à média aritmética dos 3 ensaios consecutivos realizados, obtendo assim repetibilidade dos ensaios. O erro apresentado corresponde ao erro em percentagem para cada viscosidade, em comparação com o valor nominal, determinado de acordo com a Equação 7.64.

Tabela 7.11 - Resultados obtidos nos ensaios efetuados com a bomba peristáltica com soluções de diferentes viscosidades

Viscosidade Teórica (mPa·s)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio de Caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida (%)
1 (água)	40	39,566	1,1	0,5
2		39,753	0,6	0,6
4		39,682	0,8	0,6
1 (água)	80	79,143	1,1	0,1
2		79,376	0,8	0,1
4		79,600	0,5	0,1
1 (água)	120	118,657	1,1	0,1
2		118,995	0,8	0,1
4		119,569	0,4	0,1

Para uma melhor análise dos erros obtidos com as diferentes viscosidades, estes são apresentados na Figura 7.10 sob a forma de gráfico.

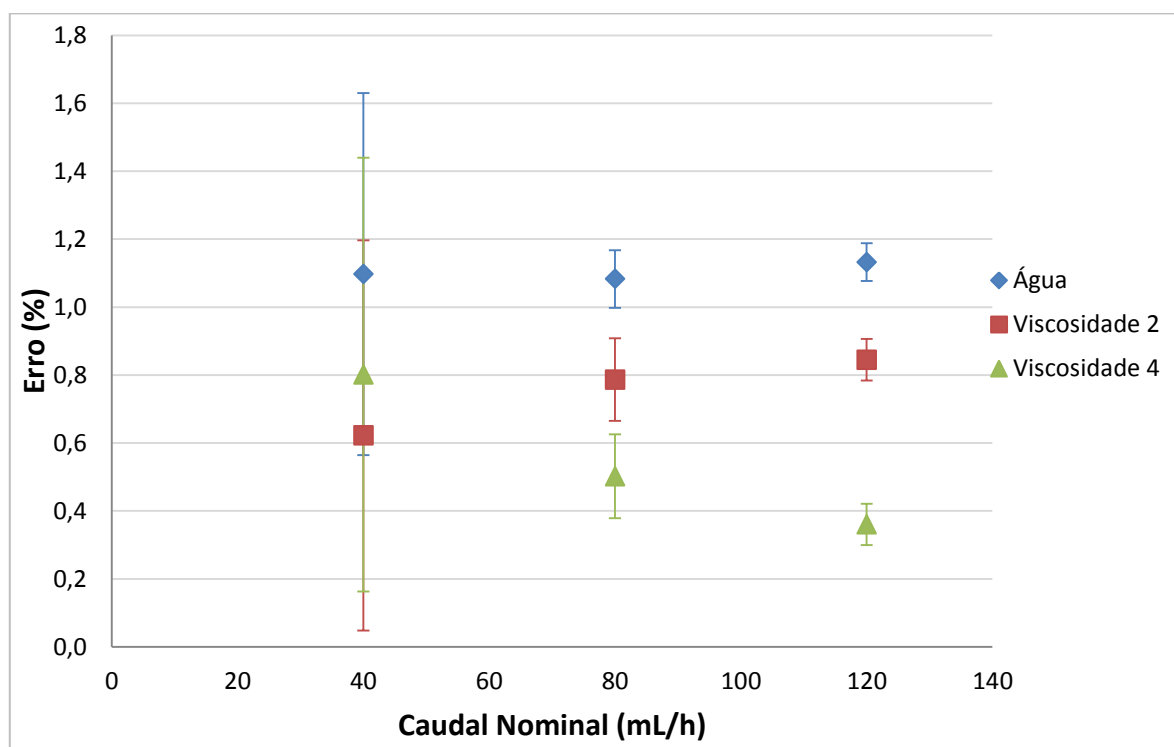


Figura 7.10 - Representação gráfica do erro obtido com diferentes viscosidades para os caudais de 40 mL/h, 80 mL/h e 120 mL/h com a bomba peristáltica

Através da análise de resultados, verifica-se que o maior erro obtido ocorre para a água ao invés das soluções com maior viscosidade. A razão pela qual isto sucede está relacionada com o princípio de funcionamento do instrumento.

A aspiração indevida de fluido feita pela bomba devido à queda de pressão é maior quando o fluido é água. Isto significa que quanto maior a viscosidade do fluido menor o volume morto. Pela análise gráfica, verifica-se este comportamento à exceção do caudal 40 mL/h. No entanto, os valores de erro obtidos para 40 mL/h estão dentro da incerteza obtida.

Conclui-se para a bomba peristáltica, que quanto maior a viscosidade do fluido presente numa linha de perfusão, menor o erro obtido. A razão para tal suceder deve-se ao facto de quanto mais viscoso o líquido, maior resistência à aspiração de fluido por parte da bomba, e por consequência menor é o volume morto. Assim, ao invés do que acontecia na seringa perfusora, na utilização da bomba peristáltica a viscosidade do fluido administrado condiciona o caudal a debitar.

Relativamente à incerteza conclui-se que é mais elevada no caudal de 40 mL/h para todas as viscosidades ensaiadas. A justificação para esta situação prende-se com o facto do caudal ensaiado corresponder ao limite mínimo de funcionamento do instrumento e dado que é o caudal ensaiado mais

baixo está exposto a todos os constrangimentos da metodologia, como a temperatura, bolhas de ar e influência do operador.

Tal como os resultados obtidos com a seringa perfusora também estes serão publicados na revista *Biomedical Engineering*.

7.4.3 Tempo de Resposta

Por vezes em ambiente clínico, durante a administração de uma terapia através de sistemas doseadores de líquidos, surge a necessidade de modificar o caudal debitado sem existir paragem de administração de fluido ao doente.

Foi para responder a esta necessidade que se realizaram ensaios a diferentes caudais, onde se pretendia estudar o efeito em caudal quando este era duplicado e quadruplicado. No caso da seringa perfusora, foram realizados testes aos caudais 0,5 mL/h, 2 mL/h e 10 mL/h, com duas seringas diferentes, uma com 10 mL de capacidade e outra com 50 mL de capacidade. Para a bomba peristáltica, os caudais testados foram 40 mL/h, 80 mL/h e 120 mL/h. Em ambos os instrumentos foram realizados dois ensaios para cada situação, sendo determinado o tempo médio dos dois ensaios.

A Tabela 7.12 corresponde ao tempo de resposta obtido com a seringa perfusora. A incerteza associada aos tempos obtidos é obtida pela razão entre o desvio padrão dos tempos e a raiz quadrada do número de ensaios (desvio padrão da média), sendo neste caso igual a 2.

Tabela 7.12 - Tempo de resposta na seringa perfusora quando o caudal é duplicado e quadruplicado

Seringa (mL)	Caudal Inicial (mL/h)	Tempo Médio de Duplicação (s)	Incerteza da Duplicação (s)	Tempo Médio de Quadruplicação (s)	Incerteza da Quadruplicação (s)
10	0,5	60,0	0	55,0	5,0
	2	35,0	5,0	32,0	8,0
	10	10,0	0	17,5	2,5
50	0,5	90,0	10,0	60,0	0
	2	55,0	5,0	35,0	5,0
	10	17,5	2,5	27,5	2,5

O tempo e a incerteza associada são apresentados graficamente na Figura 7.11.

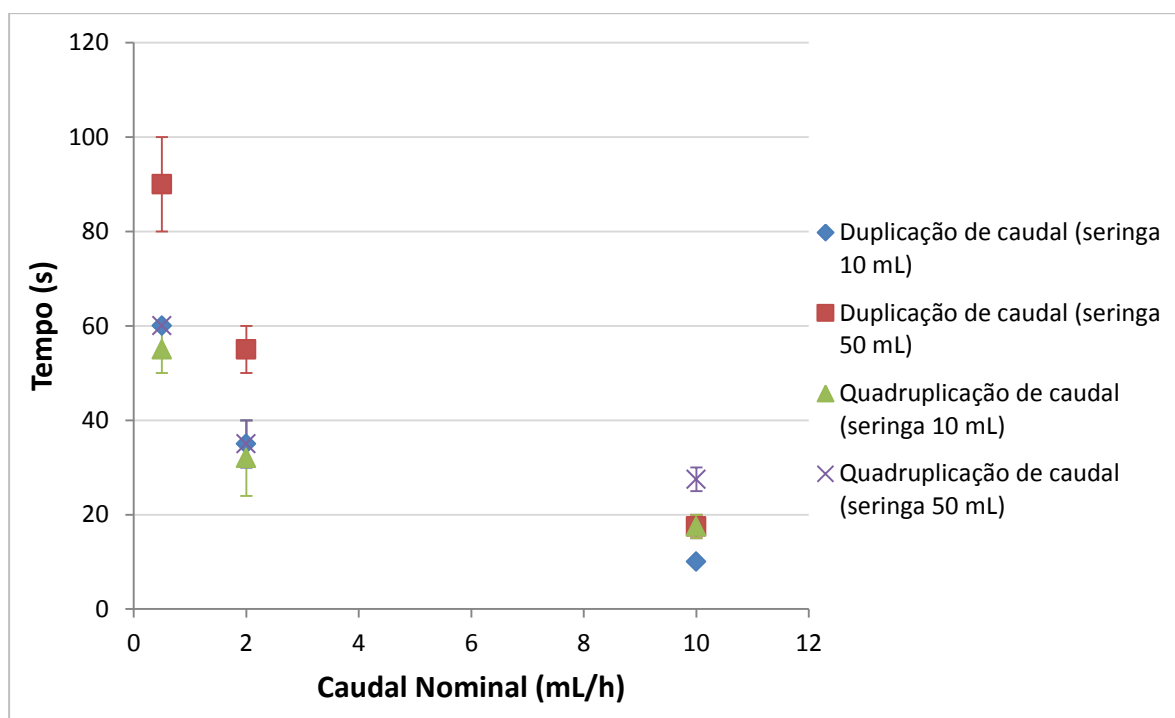


Figura 7.11 - Representação gráfica do tempo de resposta da seringa perfusora quando o caudal é duplicado e quadruplicado

Recorrendo à análise gráfica da Figura 7.11, observa-se que o tempo de estabilização de caudal na seringa perfusora diminui à medida que o caudal aumenta. Como seria expectável, o tempo de estabilização na utilização da seringa de 50 mL de capacidade, é sempre superior quando comparado à utilização da seringa de 10 mL. Tal acontece devido ao facto da seringa de 50 mL não se adequar aos caudais testados por serem demasiado reduzidos, como já havia sido comprovado no estudo de desempenho realizado sobre a viscosidade.

A Tabela 7.13 apresenta o tempo de resposta obtido e a incerteza associada, determinada da mesma forma que para a seringa perfusora.

Tabela 7.13 - Tempo de resposta da bomba peristáltica quando o caudal é duplicado e quadruplicado

Caudal Inicial (mL/h)	Tempo Médio de Duplicação (s)	Incerteza da Duplicação (s)	Tempo Médio de Quadruplicação (s)	Incerteza da Quadruplicação (s)
40	22,5	2,5	15,0	0
80	12,5	2,5	10,0	0
120	9,0	1,0	5,0	0

À semelhança dos tempos obtidos com a seringa perfusora em função do caudal, também para a bomba peristáltica à medida que o caudal aumenta o tempo de estabilização diminui. No entanto, para a bomba peristáltica não existem diferenças tão significativas comparativamente à seringa. Para

uma melhor análise os tempos de estabilização para bomba, estes são apresentados graficamente na Figura 7.12.

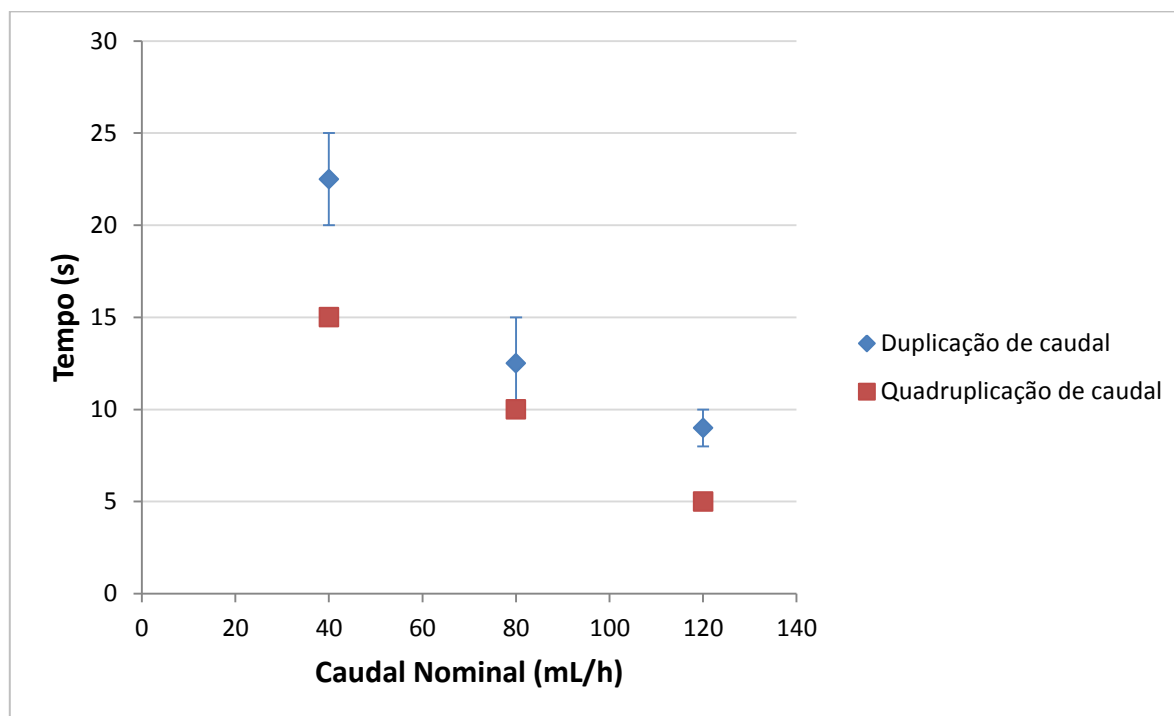


Figura 7.12 - Representação gráfica do tempo de estabilização de caudal na bomba peristáltica quando o caudal é duplicado e quadruplicado

Resumindo, os tempos de estabilização obtidos com a bomba peristáltica são significativamente inferiores aos obtidos com a seringa perfusora, uma vez que os testes realizados na bomba foram efectuados a um caudal superior. No caso da seringa perfusora, conclui-se que quando é utilizada a seringa adequada, o tempo de estabilização para um caudal igual ou superior a 0,5 mL/h, não excede os 60 segundos. Relativamente à bomba peristáltica, quer quando se duplica o caudal, quer quando se quadruplica, o tempo de estabilização é sempre curto, não excedendo os 25 segundos.

Os resultados obtidos com o estudo de desempenho efetuado acerca do tempo de resposta dos instrumentos doseadores de fluidos estão inseridos no projeto MeDD.

Como aconteceu no estudo de desempenho acerca da influência da viscosidade, também este estudo será publicados na revista *Biomedical Engineering*.

7.4.4 Atraso no Início do Doseamento

A existência de fármacos que necessitam de ser administrados de forma imediata, leva a que o comportamento dos instrumentos doseadores de fluidos tenha de ser estudado nestas situações. Segundo informações médicas, existem fármacos que têm de ser debitados a um caudal contínuo em menos de um minuto.

Para responder a esta necessidade, efetuou-se este estudo de desempenho, que consiste na contagem do tempo desde o início da perfusão até à estabilização do caudal pretendido. Os caudais testados neste estudo foram os mesmos que os utilizados no estudo ao tempo de resposta, ou seja, 0,5 mL/h, 2 mL/h e 10 mL/h para a seringa perfusora e 40 mL/h, 80 mL/h e 120 mL/h para a bomba peristáltica. Analogamente ao estudo do tempo de resposta, também foram realizados dois ensaios e feita a média aritmética dos dois.

Na Tabela 7.14 são apresentados os tempos obtidos em segundos relativamente ao atraso no início do doseamento para a seringa perfusora, com a seringa de 10 mL e de 50 mL. É apresentada também a incerteza associada aos tempos obtidos, obtida pela razão entre o desvio padrão tempos e a raiz quadrada do número de ensaios (desvio padrão da média), sendo neste caso igual a 2.

Tabela 7.14 – Atraso da seringa perfusora para as seringas de 10 mL e 50 mL

Seringa (mL)	Caudal Pretendido (mL/h)	Tempo Médio de Atraso (s)	Incerteza (s)
10	0,5	140	20,0
	2	60	0
	10	30	0
50	0,5	300	30,0
	2	120	0
	10	35	5,0

À semelhança do que ocorreu no estudo anterior, os tempos obtidos são igualmente superiores no caso de ser utilizada a seringa de 50 mL, dado que a sua utilização não é aconselhável para caudais tão reduzidos. O tempo obtido é maior para os caudais mais baixos e diminui à medida que o caudal nominal aumenta. Para uma melhor análise, a Figura 7.13 apresenta os resultados obtidos sob a forma de gráfico.

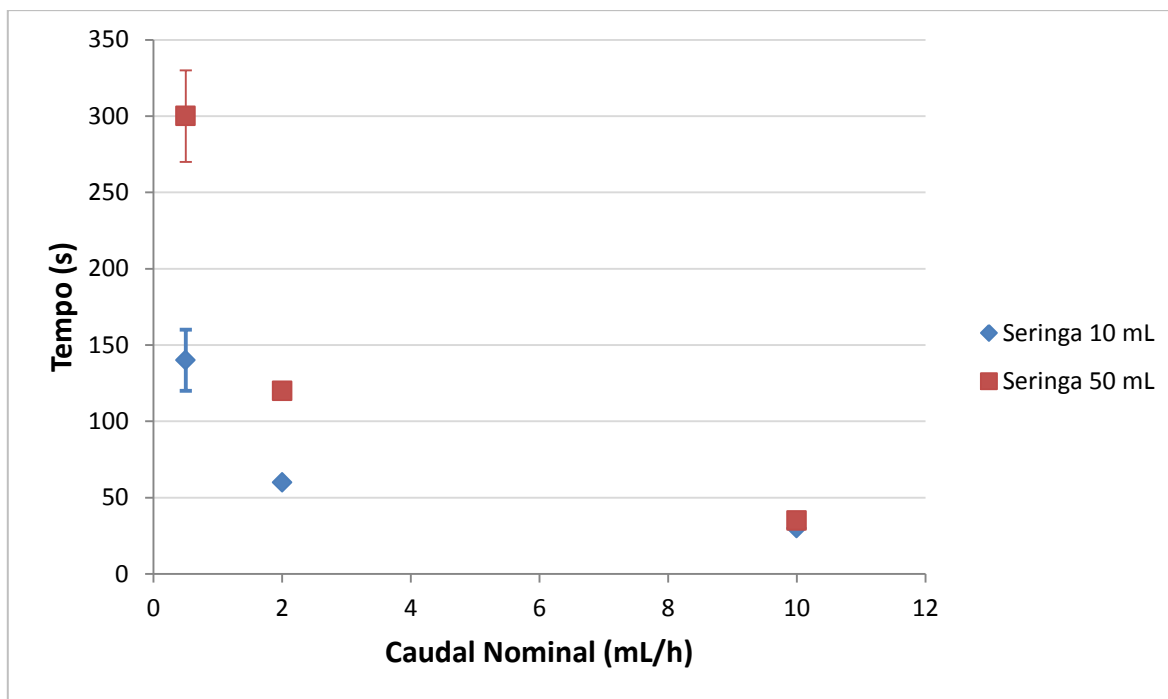


Figura 7.13 - Representação gráfica do atraso da seringa perfusora

Os tempos obtidos e a incerteza com a bomba peristáltica encontram-se na Tabela 7.15. A incerteza é determinada da mesma forma que para a seringa perfusora.

Tabela 7.15 - Atraso da bomba peristáltica

Caudal Pretendido (mL/h)	Tempo Médio de Atraso (s)	Incerteza (s)
40	80,0	0
80	30,0	0
120	27,5	2,5

Os resultados obtidos para a bomba peristáltica são semelhantes aos da seringa perfusora, dado que à medida que o caudal pretendido aumenta, o tempo para se atingir esse caudal diminui. De notar que o tempo para o caudal de 40 mL/h é consideravelmente superior aos outros caudais testados, que têm tempos de atraso muito próximos. Este facto deve-se a estarmos no limite mínimo de funcionamento do instrumento e uma vez que é o caudal mais reduzido ensaiado está mais exposto a todos os constrangimentos da metodologia como a temperatura, bolhas de ar ou o factor operador.

A Figura 7.14 apresenta os tempos obtidos em segundos relativamente ao atraso no início do doseamento com a bomba peristáltica.

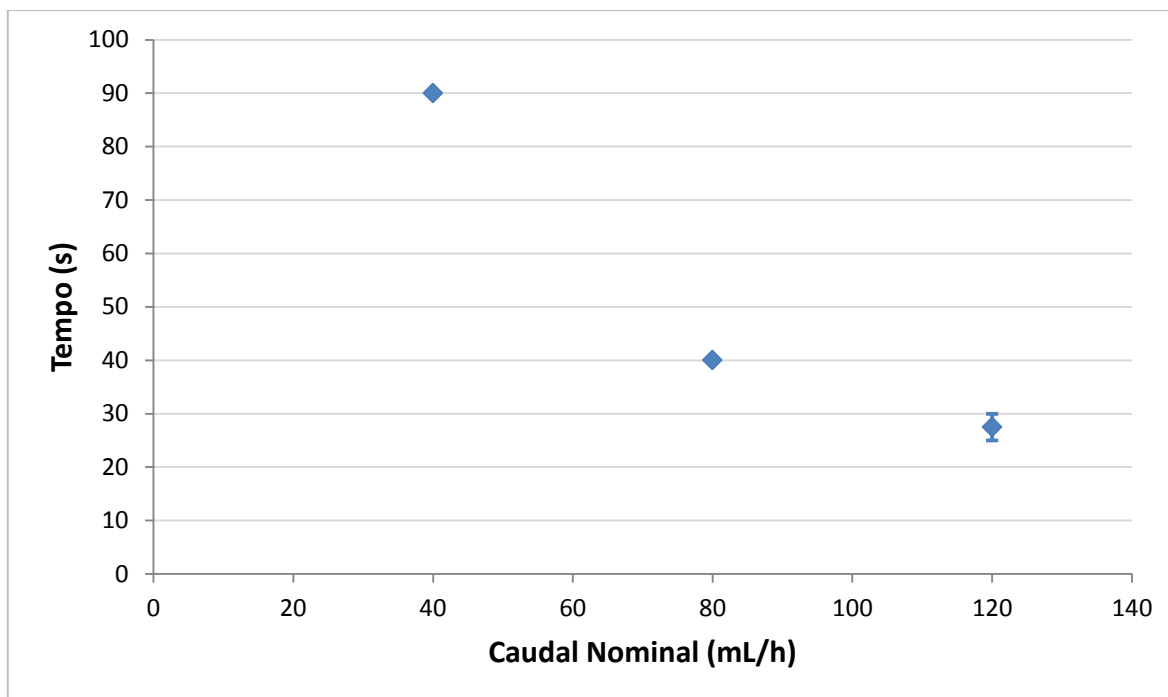


Figura 7.14 - Representação gráfica do atraso da bomba peristáltica

Concluindo, para a utilização da seringa perfusora não é possível garantir a administração de um determinado fármaco em menos de um minuto para todos os caudais ensaiados. Apenas para o caudal de 10 mL/h esse objetivo consegue ser cumprido, utilizando a seringa adequada (10 mL). No caso da bomba peristáltica, conclui-se que é possível administrar um determinado fármaco a um caudal contínuo, para fluxos de caudal iguais ou superiores a 80 mL/h.

Tal como o estudo de desempenho acerca do tempo de resposta, também este estudo referente ao atraso no início do doseamento dos instrumentos doseadores de fluidos, está inserido no projeto MeDD e será também publicado na revista *Biomedical Engineering*.

7.4.5 Influência dos Acessórios

Este foi o último estudo de desempenho realizado nos instrumentos doseadores de fluidos em ambiente clínico, que visa estudar qual o impacto em caudal quando colocado um filtro ou uma torneira no meio da linha, assim como um catéter em substituição da agulha de injeção.

Todos os estudos apresentados foram divulgados por meio de um *paper* intitulado “Estudo de desempenho de sistemas perfusores considerando a sua utilização *in situ*” [39], no III Encontro da Metrologia na Saúde.

A escolha destes acessórios centrou-se no facto de serem vulgarmente utilizados em hospital, na administração de fármacos com sistemas doseadores de fluidos e por desempenharem funções distintas.

De forma a poder comparar os resultados obtidos com e sem a utilização dos acessórios, foram realizados ensaios aos mesmos caudais e com a mesma duração do que os ensaios realizados com água no estudo de desempenho sobre a influência da viscosidade. Tal como nos estudos apresentados anteriormente, também neste foram realizados 3 ensaios consecutivos de forma a obter a repetibilidade do estudo.

i. Torneira de 3 vias para adição de fluidos

O primeiro acessório testado foi uma torneira apresentada na Figura 7.15. Esta torneira tem 3 vias e tem como função permitir administrar duas terapias diferentes simultaneamente. Em hospital normalmente é utilizada num determinado doente que está a receber uma terapia continuamente e necessita de uma nova terapia sem cessar a primeira.



Figura 7.15 – Torneira de 3 vias para adição de fluidos

Nos ensaios realizados, a torneira foi testada com uma das vias fechada, existindo apenas um tipo de fluido ao longo da linha, dado que se pretendia testar se existia uma perda de caudal com a utilização deste acessório. Esta torneira foi testada unicamente com a seringa perfusora, estando os resultados obtidos, com e sem a utilização da torneira, na Tabela 7.16.

Tabela 7.16 - Comparação dos resultados obtidos com e sem a utilização da torneira

Situação	Caudal Nominal (mL/h)	Caudal Médio (mL/h)	Erro (%)	Incerteza (%)
Com Torneira	0,5	0,497	0,5	1,6
	2	1,999	0,0	0,5
	10	10,009	- 0,1	0,2
Sem Torneira	0,5	0,499	0,3	1,2
	2	1,998	0,1	0,4
	10	10,023	- 0,2	0,3

Como se pode observar, os resultados obtidos com e sem a torneira são muito semelhantes para os três caudais estudados, não existindo grande diferenças no valor médio obtido. O erro foi determinado de acordo com a Equação 7.64.

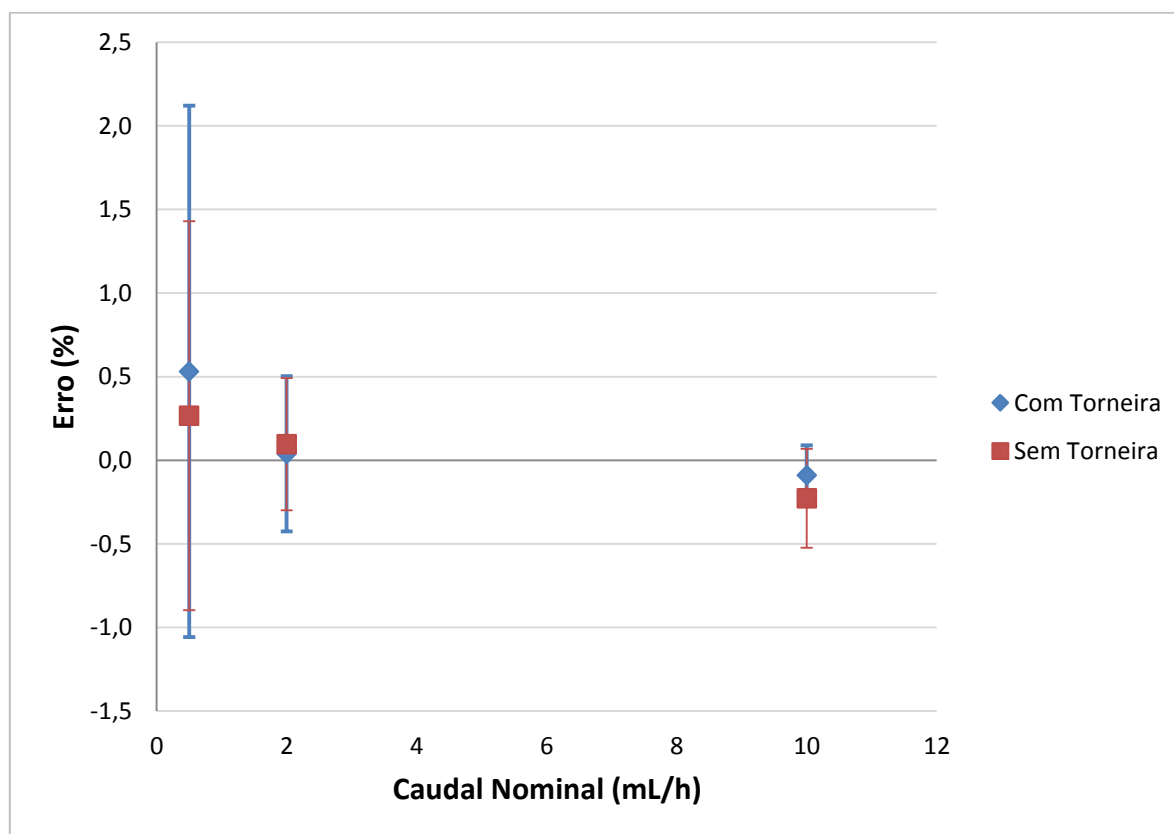


Figura 7.16 - Erro e incerteza obtida com e sem utilização da torneira para o caudal de 0,5 mL/h, 2 mL/h e 10 mL/h

Na Figura 7.16 apresenta-se o erro e a incerteza obtidos com e sem a utilização da torneira para cada caudal ensaiado. Como se pode constatar, não existem diferenças significativas com e sem a utilização da torneira, existindo apenas uma ligeira variação da incerteza. Desta forma, pode-se concluir que a existência de uma torneira deste tipo no meio de uma linha de perfusão não condiciona o caudal que se pretende debitar.

ii. Filtro antibacteriano

Foram ensaiados dois tipos de filtro, um para ser utilizado com a seringa perfusora e outro com a bomba peristáltica. Os filtros ensaiados têm características semelhantes e denominam-se por filtros antibacterianos, tendo como função remover impurezas, prevenir contaminações e evitar a passagem de bolhas de ar até ao doente. De forma a desempenharem estas funções de forma eficaz, é aconselhada uma única utilização do mesmo filtro em ambiente clínico.

O filtro utilizado com a seringa perfusora, apresentado na Figura 7.17, possui uma membrana com 1,2 μm de espessura, enquanto o filtro utilizado com a bomba peristáltica possui uma membrana com 0,2 μm conforme apresentado na Figura 7.18. Esta membrana é responsável por fazer a filtragem do fluido presente na linha de perfusão.

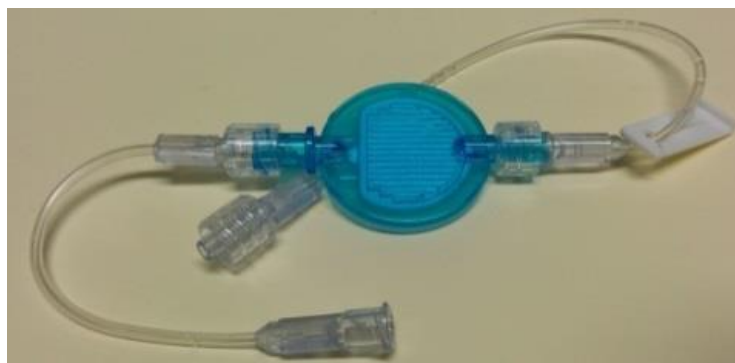


Figura 7.17 - Filtro antibacteriano utilizado com a seringa perfusora



Figura 7.18 - Filtro antibacteriano utilizado com a bomba peristáltica

Os resultados dos ensaios obtidos com e sem a utilização do filtro na seringa perfusora estão dispostos na Tabela 7.17.

Tabela 7.17 - Comparação dos resultados obtidos com e sem a utilização do filtro para a seringa perfusora

Situação	Caudal Nominal (mL/h)	Caudal Médio (mL/h)	Erro (%)	Incerteza (%)
Com Filtro	0,5	0,498	0,4	1,7
	2	2,003	- 0,1	0,8
	10	9,996	0,0	0,2
Sem Filtro	0,5	0,499	0,3	1,2
	2	1,998	0,1	0,4
	10	10,023	- 0,2	0,3

Como se pode constatar, com a utilização do filtro os valores de caudal médio obtido foram semelhantes aos obtidos sem a sua utilização. Para uma análise mais fácil do erro e da incerteza, os resultados obtidos para os diferentes caudais ensaiados apresentam-se na Figura 7.19, através de um gráfico.

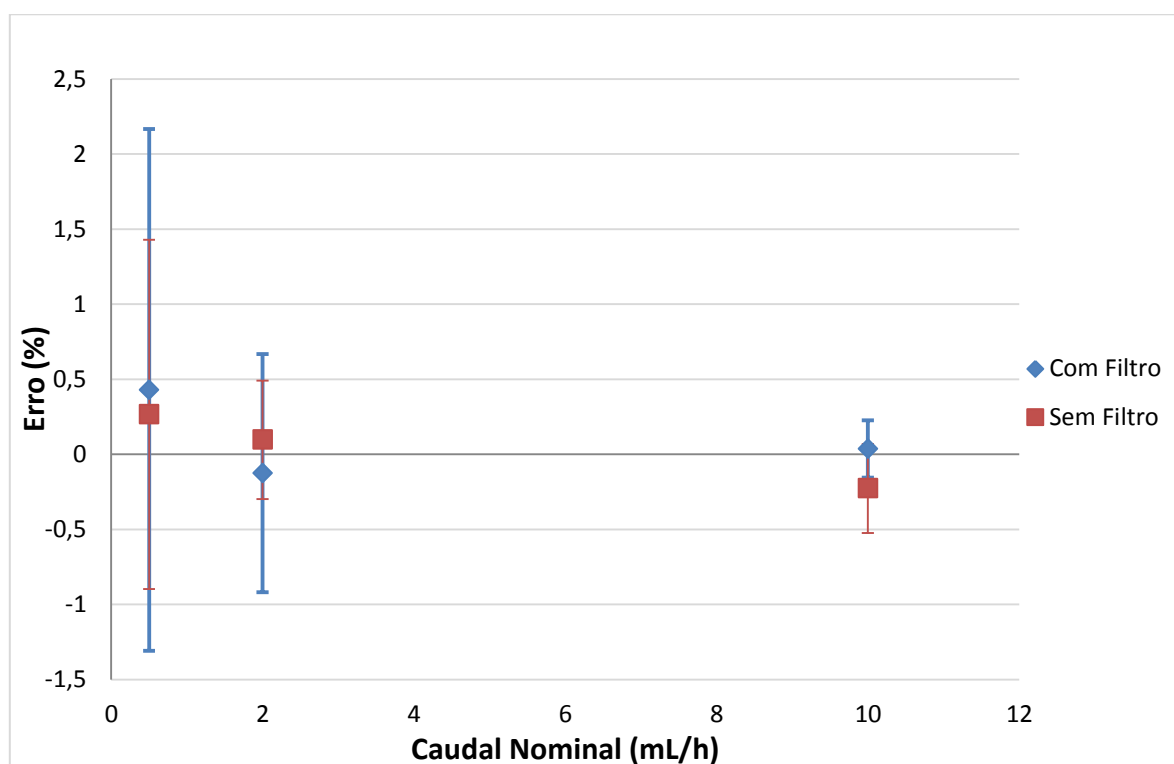


Figura 7.19 - Análise gráfica dos erros e incerteza obtidos com e sem a utilização do filtro para a seringa perfusora

Todos os erros obtidos encontram-se abaixo do erro máximo admissível do instrumento (Tabela 4.1) e, desta forma, pode-se concluir que a utilização de um filtro antibacteriano não limita a passagem de caudal.

Os resultados obtidos com o filtro utilizado na bomba peristáltica, apresentam-se na tabela seguinte:

Tabela 7.18 - Comparação dos resultados obtidos com e sem a utilização do filtro para a bomba peristáltica

Situação	Caudal Nominal (mL/h)	Caudal Médio (mL/h)	Erro (%)	Incerteza (%)
Com Filtro	40	39,750	0,6	0,7
	80	79,413	0,7	0,3
	120	119,122	0,7	0,1
Sem Filtro	40	39,566	1,1	0,5
	80	79,143	1,1	0,1
	120	118,657	1,1	0,1

Para uma melhor análise do erro e da incerteza obtidos, a Figura 7.20 apresenta os erros obtidos e as barras de incerteza com e sem a utilização do filtro sob a forma de gráfico.

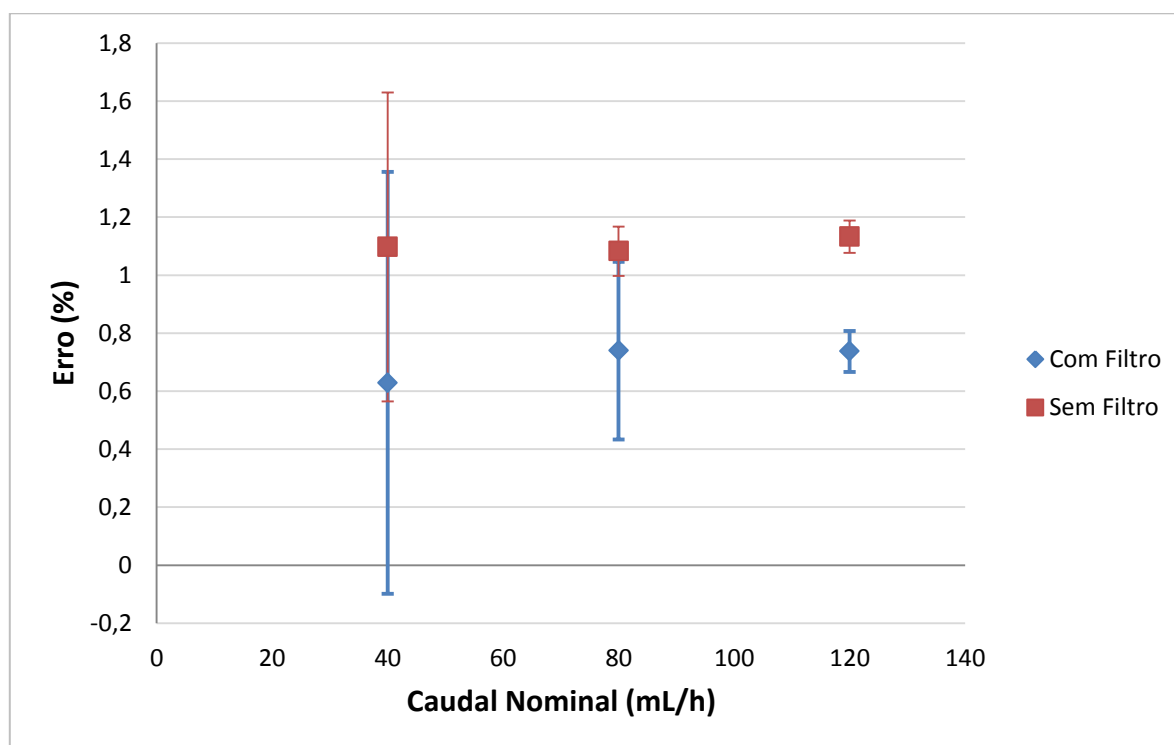


Figura 7.20 - Análise gráfica dos erros e incertezas obtidos com e sem a utilização do filtro para a bomba peristáltica

Verifica-se que o erro obtido com a utilização do filtro é menor comparativamente ao erro obtido sem a sua utilização. A razão para tal suceder deve-se ao facto deste tipo de filtro reter as bolhas de ar contidas a montante do filtro, e assim existir menos ar no sistema. Assim há mais volume, logo o caudal médio é superior com a utilização do filtro.

O filtro utilizado na bomba peristáltica condiciona o caudal, uma vez que retêm as bolhas de ar devido à sua elevada espessura. Ainda assim, os erros obtidos com e a sem a sua utilização estão ambos abaixo do erro máximo admissível indicado pelo fabricante (Tabela 4.2).

A utilização do filtro na seringa perfusora não condiciona o caudal nos ensaios efetuados, uma vez que o filtro utilizado tem uma espessura reduzida e por isso não retém bolhas de ar presentes no sistema.

iii. Catéter

O catéter é um tubo fino, macio e flexível, existindo diversas variedades de cateteres no mercado. O catéter ensaiado foi um catéter utilizado em doentes neonatais, apresentado na Figura 7.21, fornecido pelo HGO.

Uma vez que o catéter tem um diâmetro muito reduzido (0,05 cm de diâmetro externo comparativamente com 0,125 cm da agulha de injeção), este apresenta algumas limitações quando utilizado a caudais elevados, dado que não suporta pressões muito elevadas. Assim, o catéter só foi ensaiado para caudais reduzidos com a seringa perfusora.

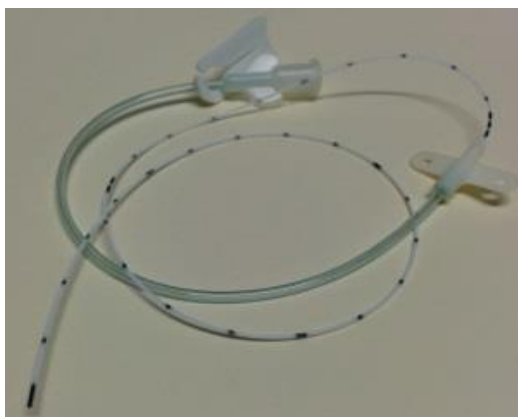


Figura 7.21 - Catéter ensaiado

Tabela 7.19 – Comparação dos resultados obtidos com o catéter e com a agulha

Situação	Caudal Nominal (mL/h)	Caudal Médio (mL/h)	Erro (%)	Incerteza (%)
Com Cateter	0,5	0,500	0,1	0,6
	2	2,006	- 0,3	0,3
	10	10,033	- 0,3	0,2
Com agulha	0,5	0,498	0,3	1,2
	2	1,998	0,1	0,4
	10	10,023	- 0,2	0,3

Na tabela anterior são apresentados os resultados obtidos com e sem a utilização do catéter.

Analisando os resultados obtidos, verifica-se que não existe uma variação significativa no valor médio obtido nas duas situações, e por consequência o erro obtido é muito semelhante. Para uma melhor análise do erro e incerteza obtidos, para os diferentes caudais ensaiados, estes são apresentados na Figura 7.22 sob a forma de gráfico.

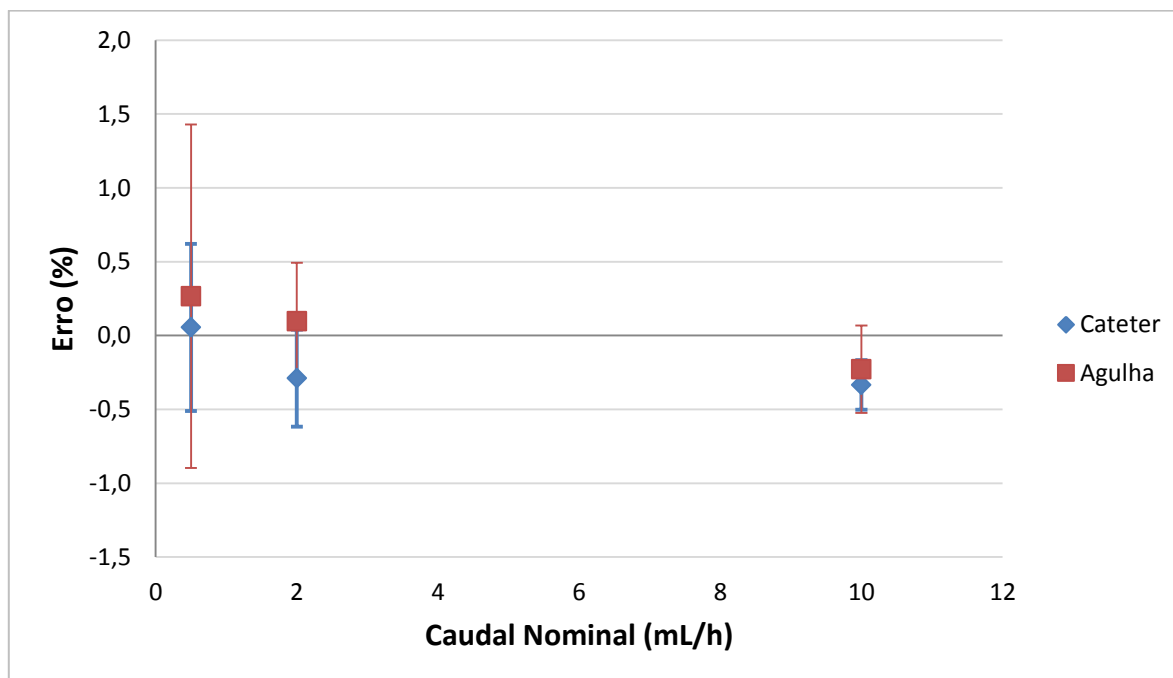


Figura 7.22 - Representação gráfica do erro e incerteza obtidos com a utilização da agulha de injeção e do cateter

Como se pode observar, com a utilização do catéter o erro obtido é menor para o caudal de 0,5 mL/h e é superior para os caudais de 2 mL/h e 10 mL/h quando comparado com a agulha de injeção. Também se obteve uma incerteza menor para o caudal de 0,5 mL/h com a utilização do cateter, que está relacionado com o facto de o seu diâmetro mais reduzido facilitar a estabilização de caudais mais baixos.

A variação do erro não é significativa para afirmar que o catéter tem influência nos resultados obtidos, uma vez que o erro obtido para todos os caudais ensaiados encontra-se dentro da incerteza.

7.5 Comparação entre o Padrão de Medição de Micro Caudal (0,006 mL/h e 20 mL/h) e a Seringa Perfusora

Com vista a analisar o erro e a incerteza obtidos, foram comparados os ensaios já realizados aos mesmos caudais com o sistema padrão e com a seringa perfusora. Os caudais ensaiados para comparar os dois sistemas foram 0,6 mL/h, 2 mL/h e 6 mL/h conforme apresentados na Tabela 7.20.

O erro obtido nos dois sistemas foi determinado de acordo com a Equação 7.64.

Tabela 7.20 - Comparação entre o Padrão de Medição de Micro Caudal (0,006 mL/h e 20 mL/h) e a Seringa Perfusora

Situação	Seringa (mL)	Caudal Nominal (mL/h)	Caudal Médio (mL/h)	Erro (%)	Incerteza (%)
Sistema Padrão	5	0,6	0,603	- 0,6	1,6
	5	2	2,015	- 0,7	1,4
	10	6	6,016	- 0,3	1,0
Seringa Perfusora	5	0,6	0,600	0	1,1
	5	2	1,993	0,4	0,4
	10	6	6,008	- 0,1	0,2

Para uma melhor análise do erro e da incerteza obtidos com os dois sistemas, estes são apresentados na Figura 7.23, sob a forma de gráfico.

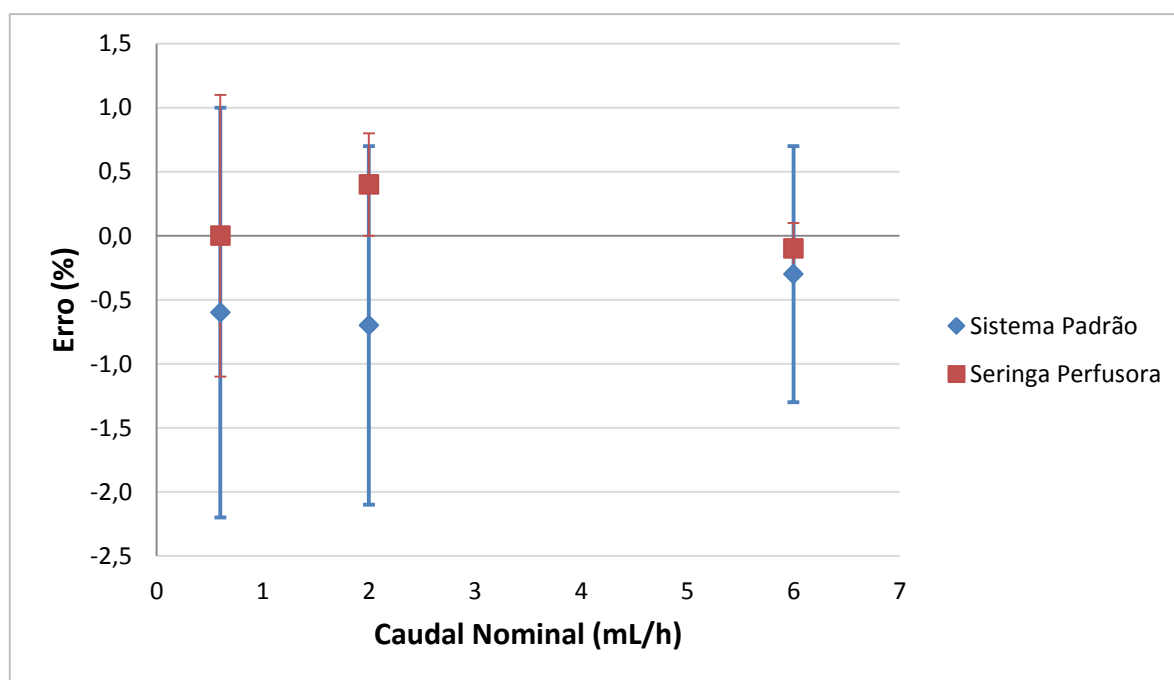


Figura 7.23 - Representação gráfica do erro e incerteza obtidos com a seringa perfusora e com o sistema padrão

Como se pode observar, o erro e a incerteza obtidos são sempre inferiores no sistema com a seringa perfusora, no entanto a diferença do erro entre os dois sistemas não é significativa.

No que diz respeito à incerteza, esta é consideravelmente superior no sistema padrão de medição de micro caudal. A razão para tal suceder deve-se ao facto de este sistema necessitar de mais interligações dado que possui mais componentes, como as ligações à válvula automática, ao sensor de pressão e ao desgaseificador que potenciam entradas de ar e perdas de fluxo.

Os erros obtidos com os dois instrumentos estão dentro do erro máximo admissível indicado pelo fabricante, e desta forma pode-se aferir que ambos os sistemas estão aptos a calibrar seringas perfusoras e que o sistema padrão se encontra devidamente validado.

8. Conclusões e Sugestões de Melhoramento

Tal como havia sido concluído nas dissertações anteriores, o sistema padrão para medição de micro caudais concebido encontra-se completamente desenvolvido e funcional. Pelos ensaios realizados com o sistema padrão em alturas diferentes, e tendo-se obtido resultados semelhantes, é possível obter reprodutibilidade do sistema padrão.

Dos estudos de desempenho efetuados com os instrumentos doseadores de fluidos utilizados em ambiente clínico, conclui-se que a seringa perfusora e a bomba peristáltica ensaiadas são instrumentos muito eficientes, uma vez que o erro obtido na maioria dos resultados obtidos encontra-se a abaixo do erro máximo admissível indicado pelo fabricante (2 % no caso da seringa e 5 % na bomba).

No que diz respeito ao estudo realizado acerca da distinção de caudal de trabalho de cada instrumento, conclui-se que a seringa perfusora deve ser utilizada para caudais reduzidos, em detrimento da bomba peristáltica. Esta apenas deve operar a caudais superiores a 40 mL/h, conforme referido pelo fabricante.

Do estudo de desempenho desenvolvido acerca da influência da viscosidade, é possível concluir que na utilização da seringa perfusora a viscosidade do fluido administrado não influencia o caudal debitado, uma vez que a velocidade aplicada pelo motor elétrico no sem fim é independente da viscosidade do líquido presente na seringa.

Relativamente à bomba peristáltica, constatou-se que quanto mais viscoso o fluido, menor o erro obtido, o que acontece em virtude de um menor volume morto, concluindo assim que a viscosidade do líquido condiciona o caudal na utilização da bomba peristáltica.

Em relação ao tempo de resposta e ao atraso no início do doseamento, conclui-se que quanto menor o caudal, maior é o tempo para se atingir o caudal pretendido.

O último estudo realizado prendeu-se com a influência dos acessórios quando acoplados aos sistemas. Deste estudo constatou-se que não existe variação significativa nos resultados obtidos com a seringa perfusora. Quanto à bomba peristáltica, há um condicionamento em caudal com a utilização dos acessórios.

Os estudos de desempenho realizados foram, na sua maioria, publicados em artigos de conferência e revista. É de esperar que a realização destes estudos tenha grande utilidade e interesse para enfermeiros e médicos que operam com os instrumentos doseadores de fluidos diariamente.

A realização dos estudos efetuados serviu de base para a escrita do procedimento de calibração de sistemas doseadores de fluidos. Sendo assim, o objetivo principal da presente dissertação foi cumprido, estando agora o LVO capacitado para efetuar calibrações deste tipo de instrumentos.

Durante a realização desta dissertação foram realizados no LVO duas comparações laboratoriais com sete laboratórios europeus, uma com um contador de *coriolis* e outra com uma seringa *Nexus 3000*. Os resultados obtidos foram bastante positivos, mas ainda não se encontram publicados em relatório.

Sugestões de melhoramento:

Quanto a possíveis melhorias e trabalhos futuros, foram identificados algumas que poderão ser implementadas futuramente.

Uma das melhorias possíveis a ser implementada futuramente é a aquisição de dados em tempo real, fazendo a sincronização do *software* de tratamento de dados ao relógio de césio do IPQ, obtendo assim rastreabilidade do tempo.

Comprovada a eficiência do sistema padrão, a sua utilização poderá servir também para efetuar a calibração de contadores de *coriolis*, utilizados na medição de gás e de líquidos.

A colocação do desgaseificador de água no sistema padrão a montante do gerador de caudal, pode simplificar o enchimento das seringas, diminuindo o tempo de preparação de um ensaio e a quantidade de bolhas de ar no sistema.

Outra melhoria possível a realizar passa pela modificação do recipiente de recolha utilizado na balança XP205, de forma a melhorar o efeito da evaporação nesta balança.

A aquisição de uma micro sonda para medição da temperatura de fluido, ao invés do sensor agora utilizado, é uma possível melhoria a considerar. Com a utilização desta sonda, o tempo de preparação dos ensaios seria reduzido e a temperatura lida diretamente no *software*.

Ainda em relação à temperatura, a aquisição de um sistema de arrefecimento para a tubagem seria benéfico, evitando assim a variação de temperatura existente no decorrer de um ensaio, diminuindo a influência da temperatura no caudal.

Em termos de estudos de desempenho a realizar com os instrumentos doseadores de fluidos, poderão ser realizados testes relativamente à influência da altura do instrumento em relação ao recipiente de pesagem, conforme acontece em hospital. Outro estudo de desempenho com interesse é a utilização de duas seringas perfusoras em série, de modo a conhecer qual o efeito no caudal quando o débito de caudal transita de um instrumento para o outro.

Bibliografia

- [1] Metrology for Drug Delivery, “Metrology for Drug Delivery – MeDD”, [Online]. Available: www.drugdelivery.com [Acedido em 18 de Junho 2014].
- [2] MeDD, “Assessment of Drug Delivery Systems”, Metrology Drug Delivery Protocol, 2014.
- [3] Livro oficial do Instituto Português da Qualidade (IPQ), Ministério da Economia e da Inovação, 2014
- [4] E. Batista, Apresentação –Estruturas da Qualidade, LCM - Instituto Português da Qualidade, 2012.
- [5] IPQ , “IPQ - Instituto Português da Qualidade”, [Online]. Available: www.ipq.pt. [Acedido em 20 de Julho de 2014].
- [6] “Decreto-Lei nº 71/2012,” Diário da República, 1.ª série - Nº 58, 21 de Março de 2012.
- [7] Portaria n.º 23/2013, 1.ª série N.º 17, 24 de Janeiro de 2013.
- [8] E. Batista, Apresentação - Calibração de Material Volumétrico, LCM - Instituto Português da Qualidade, 2012.
- [9] IPQ, NP EN ISO 4787 - Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização, 2ª ed., 2011.
- [10] IPQ, VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia, 1ª edição Luso - Brasileira ed., Caparica, 2012.
- [11] H. Preben e R. Fiona, Metrology - In Short, Terceira edição ed., EURAMET, 2008.
- [12] C. Sousa, Metrologia – Notas históricas, Catim, 2010.
- [13] E. Batista, E. Filipe, H. Lourenço, “Metodologias de calibração de recipientes com grande capacidade volumétrica”.
- [14] Chemyx Inc., Nexus Series User Manual, Stafford, USA. [Acedido em 10 de Agosto de 2014].
- [15] A. Bandeira, Dissertação: Optimização de um Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos entre 20 mL/h a 0,006 mL/h e Extensão da Capacidade para 600 mL/h, Lisboa: Universidade Nova de Lisboa - Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2012.
- [16] Systec, “Product Data Sheet, Prep/Semi-Prep Scale, Vacuum Degassing Chambers”.
- [17] General Electric Company, Unik 5000 Pressure Sensing Platform Manual, USA.
- [18] Mettler Toledo, “Mettler Toledo”, [Online]. Available: http://us.mt.com/us/en/home/products/Laboratory_Weighing_Solutions.html. [Acedido em 10 de Agosto de 2014].

- [19] National Instruments, “National Instruments,” [Online]. Available: <http://www.ni.com/labview/pt>. [Acedido em 16 Agosto 2014].
- [20] B. Braun, Perfusor®Space e Acessórios – Instruções de Uso, Português. [Acedido em 18 Agosto 2014].
- [21] SIS – Swedish Standards Institute, SS EN 1707 – Conical fittings with a 6% (Luer) taper for syringes, needles and certain other medical equipment – Lock fittings, Sweden, 1996.
- [22] B. Braun, Infusomat®Space e Acessórios – Instruções de Uso, Português. [Acedido em 18 Agosto 2013].
- [23] JCGM 2008, GUM – Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement, 1ª ed., 2008.
- [24] J. C. Silva, Manual de elaboração de relatórios e tratamento de resultados experimentais, Fevereiro 2005.
- [25] IPQ, Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração, 2ª ed., Caparica, Dezembro 2005.
- [26] EURAMET, Calibration Guide - Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration, Março 2012.
- [27] E. Batista e R. Panton, The selection of water property formulae for volume and flow calibration, 2007.
- [28] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração em caudal de instrumentos doseadores de fluidos pelo método gravimétrico”, LCM – Instituto Português da Qualidade, 2014.
- [29] E. Batista, Procedimento técnico “Cálculo de incertezas no método gravimétrico”, LCM – Instituto Português da Qualidade - LCM, 2011.
- [30] H. Bettin e F. Spieweck, “Review: Solid Liquid density determination,” Tm - Technisches Messen, vol. 59, p. 249, 1992.
- [31] International Organization of Legal Metrology, OIML R 111 - weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3, 2004.
- [32] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de material volumétrico por gravimetria”, LCM - Instituto Português da Qualidade, 2005.
- [33] “RSU Lab supply”, [Online]. Available: http://www.rsulab.mx/product_info.php/products_id/301 [Acedido em 26 de Agosto de 2014].
- [34] IPQ, NP 4506 – Calibração de Seringas, 2012.

- [35] IEC, IEC 60601-2-24. Medical electrical equipment - Part 2-24: Particular requirements for the safety of infusion pumps and controllers, Suíça, Fevereiro 1998.
- [36] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de Balanças no Laboratório de Volume,” LCM – Instituto Português da Qualidade, 2004.
- [37] E. Batista, A. Furtado, N. Almeida, S. Moura, R. Martins, L.Sousa *et al.*, “Calibration of infusion pumps using liquids whose physical properties differ from those of water”, TC 13 IMEKO, 2014.
- [38] E. Batista, L.Sousa, L. Ribeiro, N. Almeida, E. Filipe, R. Martins, “Calibração Gravimétrica de Instrumentos Doseadores de Líquidos Utilizados em Ambiente Clínico”, ConfMet, 2014.
- [39] E. Batista, N. Almeida, E. Filipe, L. Sousa, R. Martins, A. Costa, “Estudo do desempenho de sistemas perfusores considerando a sua utilização in situ”, Metrologia na Saúde, 2014.
- [40] J. Gala, Dissertação: Desenvolvimento de Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos entre 10 mL/min e 100 nL/min, Lisboa: Universidade Nova de Lisboa – Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2012.

Anexos

Anexo I – Sistema de Aquisição e Tratamento de Dados (*LabVIEW*)

A aquisição dos dados e o respetivo tratamento é feito por intermédio de um *software*, o *LabVIEW*.

A Figura I.1 diz respeito aos parâmetros a inserir antes de se iniciar um ensaio. Neste painel devem ser colocados os registos das condições ambientais, da temperatura do líquido de calibração, escolha da balança a ser utilizada, o intervalo de medições e o intervalo de patamar. O intervalo de medições corresponde ao intervalo de tempo escolhido para recolha de valores de massa da balança, normalmente igual a 250 ms. O intervalo de patamar diz respeito ao intervalo de tempo que se pretende que o *software* faça a média dos valores de massa convertendo esses em volume, sendo para ensaios de micro caudal igual a 30 s.

O programa permite ainda que os dados recolhidos sejam gravados para uma possível revisão dos mesmos, sendo apenas necessário referir onde se pretendem gravar os dados recolhidos.

Leitura(2011)1.vi

Instituto Português da Qualidade
Metrologia de Caudal

LEITURAS (massa) LEITURAS (caudal) CÁLCULOS PARÂMETROS

Parâmetros de trabalho

Intervalo entre medições (ms) 250

Intervalo do patamar (s) 30

Temperatura do água (°C) 20,000

Temperatura do ar (°C) 21,400

Humidade relativa (%) 67,200

Pressão atmosférica (hPa) 1006,540

Unidades mL/h

Material 5,00E-2

Massa Volúmica Massas (g/mL) 7,960000

u balança 1 1,00E-6

u balança 2 1,00E-5

res balança 1,00E-6

Evaporação 0,00E+0

Duração do ensaio 1,00E-6

Simulação

Porta de comunicação COM1

data bits (8) 7

baud rate (9600) 9600

parity (0:none) Even

flow control (0:none) XON/XOFF

stop bits (10:1 bit) 1.0

Dados do I.M.

Material Polipropileno

Marca

Modelo

NºSérie

Component

Obs

Ficheiros de dados

File Leituras V:\Estágios\Luis Sousa\Ensaio

File Resultados V:\Estágios\Luis Sousa\Ensaio

File Características G:\DMET\UMCA-LCM\AREAS\

File Incertezas V:\Estágios\Luis Sousa\Ensaio

VER VER VER VER

Iterações Total de pontos Nº pontos escolhidos Comp. Patamar Nº Patamares

641140 1859 1859 120 15

LIMPAR STOP

Figura I.1 – Página do *software* para inserção de parâmetros

As leituras de massa são apresentadas de acordo com a Figura I.2. Neste painel são apresentadas as leituras de massa quer em modo gráfico quer por forma de uma tabela, o que permite ao operador visualizar instantaneamente qualquer anomalia no sistema.

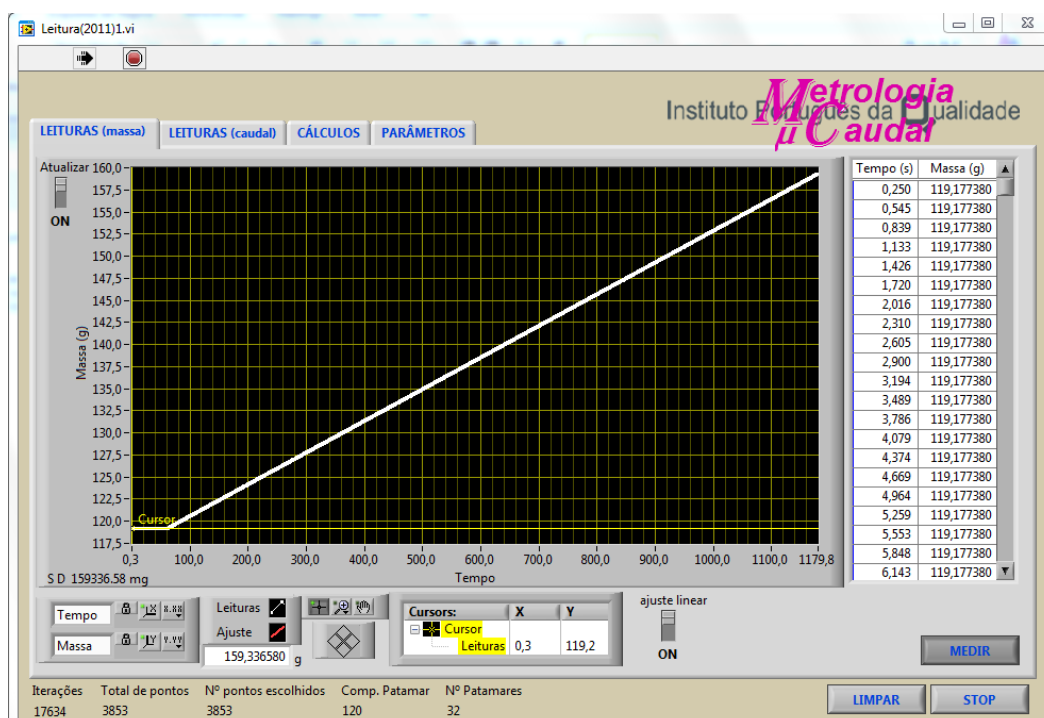


Figura I.2 – Apresentação das leituras de massa ao longo do tempo

Finalizado um ensaio, a média de caudal, a incerteza combinada e expandida associada são apresentados no programa conforme a Figura I.3. A determinação do caudal é feita de acordo com a Equação 5.17, a incerteza combinada pela Equação 5.54 e a incerteza expandida pela Equação 5.55.

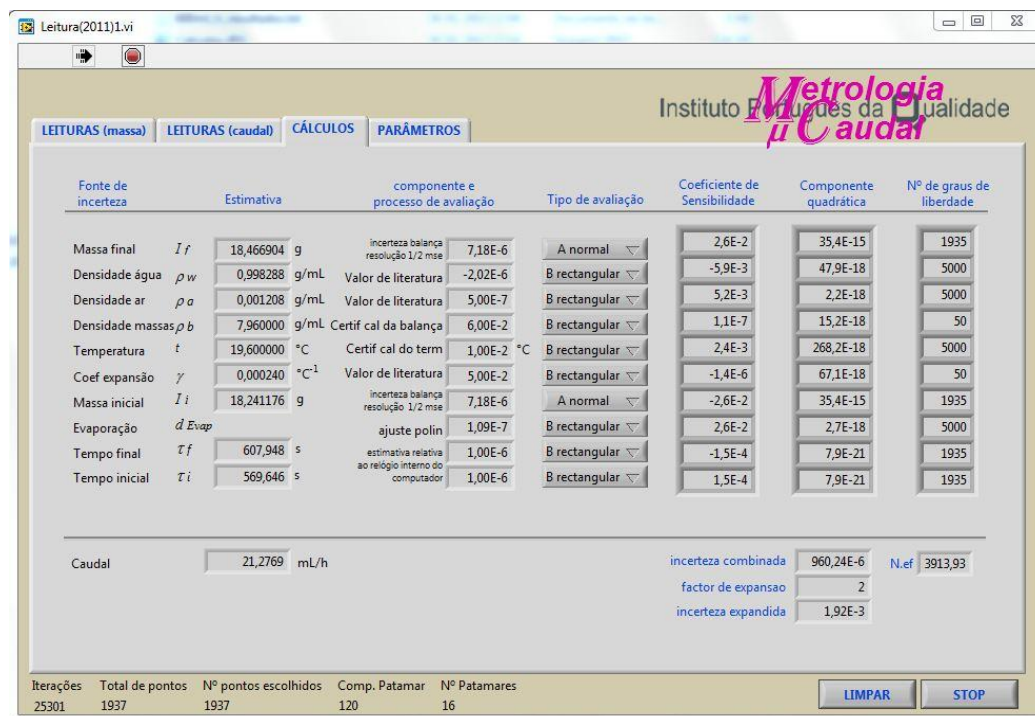


Figura I.3 – Apresentação de resultados no programa

Anexo II – Listagem de Componentes do Sistema Hospitalar com a Seringa Perfusora

Na tabela seguinte são apresentados os componentes deste sistema, sendo que alguns são opcionais.

Tabela II.1 – Componentes do sistema com a seringa perfusora











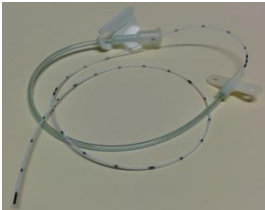

Ilustração	Nome
	Seringa perfusora (<i>Perfusor®Space</i> da <i>B. Braun</i>)
	Seringas em Polipropileno (<i>B. Braun</i>) com 50 mL, 20 mL, 10 mL, 5 mL e 2 mL de capacidade
	Linha de perfusão
	Agulha de injeção
	<i>Evaporation trap</i>






Ilustração	Nome
	Balança <i>Mettler Toledo</i> AX26
	Termómetro
	Hidrómetro
	Barómetro
	Filtro antibacteriano
	Cateter
	Válvula para adição de fluidos

Anexo III – Listagem de Componentes do Sistema Hospitalar com a Bomba Peristáltica

Na tabela seguinte são apresentados os componentes deste sistema, sendo que o filtro é opcional.

Tabela III.1 – Componentes do sistema com a bomba peristáltica

Ilustração	Nome
	Bomba peristáltica (<i>Infusomat®Space</i> da <i>B.Braun</i>)
	Linha de perfusão
	Agulha de injeção
	Copo de precipitação
	Saco de soro

Ilustração	Nome
	<p>Balança <i>Mettler Toledo</i> XP205</p>
	<p>Termómetro</p>
	<p>Hidrómetro</p>
	<p>Barómetro</p>
	<p>Filtro antibacteriano</p>

Anexo IV – Determinação da Massa Volúmica da Água e do Ar

A massa volúmica da água é obtida pela equação abaixo, referente à fórmula de Tanaka [30]:

$$\rho_w = a_5 \left[1 - \frac{(T + a_1)^2 (T + a_2)}{a_3 (T + a_4)} \right] \text{Kg/m}^3 \quad \text{Equação A.66}$$

Em que:

- T é a temperatura em °C
- $a_1 = -3,983035$
- $a_2 = 301,797$
- $a_3 = 522528,9$
- $a_4 = 69,34881$
- $a_5 = 999,974950$

A massa volúmica do ar é obtida pela equação abaixo, referente à fórmula de Spieweck [30]:

$$\rho_A = \frac{k_1 \cdot P_A + h_r (k_2 \cdot T_A + k_3)}{T_A + 273,15} \text{g/mL} \quad \text{Equação A.67}$$

Onde:

- T_A é a temperatura ambiente em °C
- P_A é a pressão em hPa
- h_r é a humidade relativa em %
- $k_1 = 3,4844 \times 10^{-4} \text{ °C/hPa}$
- $k_2 = -2,52 \times 10^{-6} \text{ g/mL}$
- $k_3 = 2,0582 \times 10^{-5} \text{ °C}$